



**República Federativa do Brasil**

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,  
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) PI 0916554-1 B1**

**(22) Data do Depósito:** 22/07/2009

**(45) Data de Concessão:** 21/05/2024

---

**(54) Título:** PARTÍCULAS DE SULFATO DE AMÔNIO PELETIZADAS E MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DAS MESMAS

**(51) Int.Cl.:** C05C 3/00.

**(30) Prioridade Unionista:** 07/08/2008 EP 08161986.8; 31/07/2008 US 61/085,166.

**(73) Titular(es):** CAP III B.V..

**(72) Inventor(es):** STEVEN HUFFMANN; JAMES FRANKLIN PARKINSON IV; JUSTICE FINE.

**(86) Pedido PCT:** PCT EP2009059408 de 22/07/2009

**(87) Publicação PCT:** WO 2010/012635 de 04/02/2010

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 31/01/2011

**(57) Resumo:** PARTÍCULA DE SULFATO DE AMÔNIO PELETIZADAS. A invenção se refere a um método para preparação de partícula de sulfato de amônio peletizadas, o método compreendendo: - provisão dos cristais de sulfato de amônio; - isolamento de uma fração compreendendo cristais possuindo um tamanho intermediário dos cristais possuindo um tamanho pequeno e a partir dos cristais possuindo um tamanho pequeno e a partir dos cristais possuindo um tamanho grande, pelo que, obtendo cristais remanescentes compreendidos de cristais apresentando um tamanho pequeno e cristais apresentando tamanho grande; e - peletização através de uma matriz, de pelo menos parte dos cristais remanescentes - isto é, pelo menos parte dos cristais a partir dos quais, a fração compreendendo cristais apresentando o tamanho intermediário foi isolada - pelo que, formando partícula de sulfato de amônio peletizadas.

**PARTICULAS DE SULFATO DE AMÔNIO PELETIZADAS E MÉTODO PARA  
PREPARAÇÃO DAS MESMAS**

A invenção se refere a um método para preparação de partículas de sulfato de amônio peletizadas. A invenção  
5 também se refere às partículas de sulfato de amônio peletizadas.

Sulfato de amônio é um fertilizante útil, por exemplo, para emprego na agricultura, horticultura e florestas. Um método para preparação de grânulos de sulfato  
10 de amônio peletizados é descrito na DE 41 26 806 A1. O método requer o emprego de 2-cianoguanidina (diciandiamida), oligômero de caprolactama ou uma mistura dos mesmos como um agente de peletização e um tratamento térmico a 150-175°C das partículas peletizadas (grânulos).  
15 De acordo com os exemplos, uma resistência à moagem de grânulo estático de até 15,9N pode ser alcançada para grânulos compreendendo o agente de peletização, considerando-se que os grânulos de sulfato de amônio sem peletização podem apresentar uma resistência à moagem de  
20 até 6,4 N (ou 8,3 após um tratamento térmico). O método de medição da resistência à moagem não é descrito.

A DE 41 26 807 A1 descreve um método para aperfeiçoar a resistência a moagem dos grânulos de sulfato de amônio, onde o sulfato de amônio possuindo um teor de  
25 água de 1,3% ou menos é misturado com pré-condensado de aldeído fórmico-uréia e prensado. De acordo com os exemplos, uma resistência à moagem de grânulo simples de 23,5 N e uma resistência à abrasão de 92,4% podem ser alcançadas (em comparação aos 9,5 N respectivamente 76%  
30 para sulfato de amônio prensado sem o pré-condensado). As

condições do método para determinação destes parâmetros não são descritas em detalhes.

A GB 1 011 463 se refere a uma pélete compreendendo partículas sólidas de fertilizante ligadas em conjunto com um material ligante repelente a água, tal como, um hidrocarboneto (mistura), tal como, asfalto ou um polímero hidrófobo. As péletes podem ser preparadas por extrusão. A preparação requer, tipicamente, o aquecimento do ligante acima de seu ponto de ebulição.

A EP 1 884 506-A2 descreve a granulação dos cristais de sulfato de amônio quase secos em um peletizador de matriz plana. No dito processo, os cristais primeiro precisam ser completamente revestidos com um material de revestimento sólido, fino, com propriedades de absorção de água por meio de mistura turbulenta. Subsequentemente, uma quantidade precisa de água precisa ser aspergida sobre os cristais revestidos e a peletização é realizada sem controle do tamanho da pélete. O produto obtido é então seco e cortado no tamanho e o tamanho classificado com reciclo do produto rejeitado.

É um objetivo da invenção prover um novo método para preparar partículas de sulfato de amônio peletizadas.

Especificamente é um objetivo da invenção prover partículas de sulfato de amônio peletizadas, apropriadas para uso como um fertilizante, a partir de cristais de sulfato de amônio, obtidos por cristalização de um líquido, onde todos ou substancialmente todos os cristais obtidos podem ser usados para prover um fertilizante com propriedades que são apreciadas pelo usuário.

É um objetivo adicional prover partículas de

sulfato de amônio peletizadas com uma distribuição de tamanho de partícula mais uniforme e/ou propriedades de escoamento melhores que as dos cristais de sulfato de amônio.

5           É ainda um objetivo adicional prover partículas de sulfato de amônio peletizadas que podem ser facilmente submetidas à conformação por aplicação de força mecânica (por exemplo, fricção) por uma etapa de revestimento adicional, etc.

10           É um objetivo adicional prover um método para obtenção de partículas de sulfato de amônio peletizadas a partir de um processo de cristalização de sulfato de amônio com rendimento total alto do produto desejado comercialmente atraente (provendo separadamente uma fração  
15 de cristal com boas propriedades, bem como provendo uma fração de partículas peletizadas) que permite conversão muito alta, mesmo até 100% de conversão do material cristalino obtido no processo de cristalização do sulfato de amônio em produtos comercialmente atraentes,  
20 especialmente com relação às propriedades de armazenamento, transporte, capacidade de escoamento e combinação.

          É um objetivo adicional prover novas partículas de sulfato de amônio peletizadas que apresentam resistência à moagem de partícula satisfatória.

25           Um ou mais objetivos que podem ser satisfeitos de acordo com a invenção se seguirão da descrição abaixo.

          Foi verificado agora que é possível a peletização através de uma matriz para preparar partículas de sulfato de amônio a partir de cristais de sulfato de amônio com  
30 propriedades satisfatórias para uso das partículas, por

exemplo, como um fertilizante, por seleção dos cristais apropriados de um modo específico.

Consequentemente, a presente invenção se refere a um método para preparação de partículas de sulfato de amônio peletizadas, o método compreendendo:

- provisão dos cristais de sulfato de amônio;
- isolamento, a partir destes cristais, de uma fração compreendendo cristais possuindo um tamanho intermediário dos cristais possuindo um tamanho pequeno e a partir dos cristais possuindo um tamanho grande, pelo que, obtendo cristais remanescentes compreendidos de cristais de tamanho pequeno e cristais de tamanho grande; e
- peletização através de uma matriz, de pelo menos parte dos cristais remanescentes - isto é, pelo menos parte dos cristais a partir dos quais, a fração compreendendo cristais apresentando o tamanho intermediário foi isolada - pelo que, formando partículas de sulfato de amônio peletizadas.

O termo "fração contendo cristais apresentando um tamanho intermediário" também referido como "médio corte" ou "fração de médio corte". Conforme ficará claro a um versado na técnica, os termos "pequeno", "intermediário" e "alto" são empregados um em relação ao outro e não necessariamente significam limitação a qualquer tamanho absoluto específico. Em conjunto, as frações pequena, intermediária e grande formam o produto total do qual a fração de tamanho intermediária é isolada.

A invenção se refere adicionalmente às partículas de sulfato de amônio peletizadas obtidas pelo método da invenção.

Conforme usado no presente documento, o termo cristal de sulfato de amônio é usado para todas as partículas de sulfato de amônio que foram conformadas por cristalização da solução.

5 Conforme empregado no presente documento, o termo partículas de sulfato de amônio peletizadas é empregado para partículas (peletizadas) consistindo pelo menos parcialmente de sulfato de amônio. De modo geral, as partículas de sulfato de amônio compreendem 90-100% em  
10 peso, preferivelmente pelo menos 95% em peso, mais preferivelmente pelo menos 96,5% em peso. Especificamente, 98% em peso ou mais, mais especificamente 99,0% em peso ou mais, mesmo mais especificamente 99,5% em peso ou mais de sulfato de amônio com base no peso total. Adicionalmente,  
15 um ou mais destes componentes podem estar presentes: água, nutriente adicional (por exemplo, um ou mais elementos de traço) aditivos de processamento (por exemplo, um ligante), por exemplo, os cristais de sulfato de amônio usados para preparar as partículas peletizadas, corantes, melhoradores  
20 de fluxo, etc. Mais detalhes com relação aos componentes adicionais são como se segue.

Apropriadamente, a peletização acontece através de uma matriz. Em princípio, a matriz compreende pelo menos um orifício, porém é geralmente provida com vários orifícios  
25 de matriz. A área aberta da matriz é preferivelmente de cerca de 20-30% da área total da matriz em contato com os cristais a serem peletizados. O comprimento dos orifícios de matriz é geralmente escolhido na faixa de 0,2\* diâmetro até 5\* diâmetro. Preferivelmente, o comprimento dos  
30 orifícios de matriz é escolhido na faixa de 2\* diâmetro até

3,5\* diâmetro dos orifícios. Adicionalmente, as condições aperfeiçoadas podem ser avaliadas por um versado na técnica dependendo do rendimento, aditivos usados, etc., com base na presente revelação, opcionalmente em combinação com o  
5 conhecimento geral comum e algum teste de rotina.

As partículas peletizadas podem ter, especificamente, pelo menos uma forma substancialmente cilíndrica, como é comum aos extrusados. Deve ser observado que o termo cilíndrica é empregado no presente documento em  
10 seu sentido amplo e assim inclui cilindros possuindo uma seção transversal cilíndrica, cilindros apresentando seção transversal elipsóide e cilindros apresentando uma seção transversal poligonal. Na presente invenção, alternativamente, o tamanho da área de seção transversal  
15 das partículas conformadas cilíndricamente pode variar ao longo do eixo geométrico longitudinal das partículas.

A invenção se refere, adicionalmente, às partículas de sulfato de amônio peletizadas, compreendendo pelo menos 90% em peso de sulfato de amônio, as partículas possuindo  
20 uma resistência à moagem conforme determinável pelo teste IFDC S-115 (vide abaixo) que está, em média acima de 2,5 kg/pélete, ou mesmo acima de 2,75 kg/pélete, especificamente mesmo acima de 3,0 kg/pélete. O valor superior não é crítico, porém pode ser de até 3,5 kg/pélete  
25 ou mesmo até 4,0 ou mais alto. A resistência à moagem pode ser, por exemplo, tão alta quanto a resistência a moagem do cristal de sulfato de amônio (que é de pelo menos 40 N) ou superior. Especificamente, a resistência à moagem pode ser mesmo de até 50 N. É uma vantagem adicional da presente  
30 invenção que as partículas de sulfato de amônio peletizadas

possam ser facilmente providas de acordo com os requisitos do mercado como a resistência à moagem e/ou outras propriedades, tais como, tamanho e forma, por ajuste simples do dispositivo de peletização e parâmetros de processo, tais como, condições da carga de alimentação (por exemplo, umidade da carga de alimentação; pressão aplicada; queda de pressão na matriz; etc.). Geralmente, as partículas de sulfato de amônio peletizadas providas de acordo com a invenção apresentarão uma resistência à moagem em média em ou acima de 40 N.

Conforme usado no presente documento, a resistência à moagem é o valor conforme determinado por um método com base no IFDC S-115, descrito nas páginas 51-52 do "Manual for Determining Physical Properties of Fertilizer" 2ª edição, preparado por W. Rutland, emitido pelo International Fertilizer Development Center, Muscle Shoals, Alabama (USA), fevereiro de 1993. Doravante, este manual será referido como "IFDC ". Para partículas alongadas, tais como, partículas conformadas pelo menos substancialmente cilíndricas, como são comuns para extrusados, especificamente a resistência à moagem é medida na direção perpendicular à direção longitudinal (perpendicular à linha de geração, tal como, eixo geométrico cilíndrico).

Vantajosamente, em um método da invenção, o tamanho dos cristais de tamanho intermediário pode ser escolhido, tal que, a fração intermediária isolada compreendendo estas partículas possua uma faixa de tamanho desejável para ser usada como o fertilizante sem qualquer tratamento de alteração de tamanho adicional.

Em princípio, independentemente das classes de

tamanho usadas para fabricação da carga de alimentação para produção de partículas peletizadas, o tamanho das partículas de sulfato de amônio peletizadas pode ser escolhido em qualquer faixa por escolha de uma matriz ou molde apropriado para as partículas. Geralmente, o tamanho de partícula máximo dos cristais na alimentação não é importante. Em uma concretização, pelo menos 80%, especificamente pelo menos 90%, mais especificamente pelo menos 95% em volume da fração intermediária são formados por cristais de sulfato de amônio apresentando uma faixa de tamanho, conforme pode ser determinada por análise de classificação, escolhida dentro de uma faixa de 0,05 a 4 mm, preferivelmente tanto dentro da faixa de 0,05 a 2 mm (que é uma faixa altamente preferida no mercado de sulfato de amônio para cristais menores) ou dentro da faixa de 2 a 4 mm (sendo uma faixa preferida para produtos de sulfato de amônio granular). Os cristais remanescentes, que são considerados menos apropriados ou pelo menos apreciados pelos usuários de cristais (como fertilizante), podem ser total ou parcialmente peletizados de acordo com a invenção para prover partículas de sulfato de amônio peletizadas, especificamente para uso como um fertilizante. Assim, a invenção permite um alto nível de liberdade na escolha das condições de cristalização (que podem afetar a distribuição do tamanho da partícula como um efeito pretendido ou como um efeito colateral) e assim ser capaz de prover produtos finais com um diâmetro específico, usando todos ou substancialmente todos os cristais. Deve ser observado que o tamanho da partícula e especificamente um alto grau de uniformidade do tamanho da partícula podem ser considerados

um fator importante pelos usuários finais, por exemplo, porque isto pode afetar a facilidade de distribuição das partículas peletizadas, especificamente quando usadas como um fertilizante.

5           Em comparação aos cristais de sulfato de amônio convencionais (usados como fertilizante), as partículas peletizadas da invenção podem, especificamente, oferecer uma uniformidade de tamanho maior (conforme definido pelo índice de uniformidade, vide abaixo) e/ou oferecer um  
10 tamanho médio maior. Adicionalmente, as partículas peletizadas da invenção podem se mais brandas. Adicionalmente, elas podem apresentar uma ou mais outras propriedades aperfeiçoadas, tal como, selecionadas do grupo de resistência à moagem aperfeiçoada e resistência à  
15 abrasão aperfeiçoada. Além disto, é vantajoso que as partículas de sulfato de amônio peletizadas possam ser misturadas facilmente com as partículas de sulfato de amônio cristalinas ou quaisquer outras partículas de fertilizante da mesma faixa de tamanho.

20           De acordo com a invenção, é surpreendentemente possível preparar partículas com propriedades de produto satisfatórias ou mesmo aperfeiçoadas, também sem precisar incluir um ligante (tal como, asfalto, um polímero hidrófobo, etc.) ou pelo menos sem precisar incluir muito  
25 de um ligante. Deve ser observado que pelo menos um número considerável de ligantes usados nos métodos de acordo com a técnica anterior, podem ser indesejados por uma ou mais razões. Por exemplo, isto pode ser prejudicial para uma planta na qual o sulfato de amônio é usado como um  
30 fertilizante ou a um consumidor de um suprimento ou

alimento que pode ser preparado da planta. Alguns ligantes podem ser vantajosos de um ponto de vista ambiental (por exemplo, polímeros sintéticos hidrófobos, tais como, poliolefinas ou asfalto são fracamente biodegradáveis).

5 Adicionalmente, um ligante ou precursor do mesmo pode ser tóxico (tal como, aldeído fórmico) ou prejudicial (tal como, 2-cianoguanidina). É uma vantagem do adicional do processo da presente invenção que as péletes de sulfato de amônio possam ser obtidas, as quais não compreendem  
10 qualquer matéria insolúvel.

Foi verificado como sendo especificamente possível preparar, por peletização através de uma matriz, partículas peletizadas com propriedades de produto satisfatórias ou mesmo aperfeiçoadas, também sem a necessidade de um ligante  
15 orgânico (sintético).

Uma ou mais propriedades que podem ser aperfeiçoadas de acordo com a invenção podem ser selecionadas, especificamente, do grupo consistindo na penetração por absorção (IFDC S-100), umidade relativa  
20 crítica (IFDC S-101), capacidade de escoamento (IFDC S-102), compatibilidade química nas combinações (IFDC S-106), tendência a formação de bolos (IFDC-106), compatibilidade física em combinação (IFDC S-109), ângulo de resposta (IFDC S-110), densidade em volume fraca (IFDC-111), densidade em  
25 volume afunilado (IFDC S-112), densidade aparente (IFDC S-113), densidade verdadeira de sólidos (IFDC S-114), resistência a moagem (IFDC S-115), resistência a abrasão (teste do tambor giratório IFDC S-116), taxa de desintegração em água (IFDC S-124) e porosidade (IFDC S-  
30 125).

A invenção é adicionalmente vantajosa pelo fato de que a peletização pode ser realizada adequadamente, sem precisar aquecer ativamente os cristais dos quais as partículas peletizadas são feitas, de modo a permitir  
5 mistura com um ligante que precisa ser fundido ou sem precisar aquecer as partículas a uma temperatura alta (por exemplo, de 150°C ou mais) a fim de curar ou se fundir (ligante) as partículas, como é necessário em alguns métodos da técnica anterior. Naturalmente, caso desejado, o  
10 método pode envolver um tratamento térmico, por exemplo, uma etapa de secagem adicional para remover a água. Contudo, em geral, o método de acordo com a invenção pode em geral ser realizado sem submeter a carga ao dispositivo para que a peletização seja realizada ou as partículas  
15 peletizadas a uma temperatura excedendo 100°C.

O termo "ou" conforme empregado no presente documento significa "e/ou" a menos que especificado de outra forma.

O termo "um" ou "uma" conforme empregado no  
20 presente documento significa "pelo menos um" a menos que de outra forma especificado.

Quando se refere a um nome (por exemplo, um composto, um aditivo, etc.) no singular, o plural deve ser incluído. Assim, quando se refere a um nome específico, por  
25 exemplo, "composto", isto significa "pelo menos um" daquele nome, por exemplo, "pelo menos um composto" a menos que de outra forma especificado.

Os cristais usados para preparação das partículas peletizadas podem ser providos com base em uma maneira  
30 conhecida na técnica, especificamente por cristalização a

partir de um líquido compreendendo sulfato de amônio. Tal líquido pode se originar, especificamente, de um processo onde a caprolactama é preparada. O isolamento dos cristais pode ser realizado de um modo propriamente conhecido, por exemplo, pela separação dos cristais do líquido, por exemplo, por centrifugação, após isto, secagem opcional dos cristais e finalmente classificação ou de outra forma separação dos cristais de acordo com o tamanho.

Conforme indicado acima, a fração isolada compreende partículas de tamanho intermediário que podem ser usadas sem um tratamento de alteração de tamanho adicional, como um fertilizante.

Caso desejado, a fração compreendendo cristais possuindo um tamanho intermediário inclui cristais possuindo um tamanho que é cerca do mesmo que o diâmetro das partículas peletizadas.

Tipicamente, os cristais remanescentes são separados em uma fração compreendendo cristais possuindo um tamanho pequeno e uma fração compreendendo cristais possuindo um tamanho grande, embora em princípio isto não seja necessário.

Pelo menos uma parte dos cristais remanescentes é utilizada para preparação de partículas de sulfato de amônio peletizadas. Se forem usados cristais que possuem um tamanho excedendo ao tamanho pretendido das partículas peletizadas, estes cristais podem ser submetidos a um pré-tratamento para redução do tamanho, por exemplo, por moagem antes da alimentação ao dispositivo onde a peletização é realizada. Pelo menos em algumas concretizações é possível alimentar diretamente tais cristais grandes ao dispositivo

onde a peletização acontece e fraturar o cristal no dispositivo onde a peletização é realizada, por exemplo, pela força do fuso ou fusos em um extrusor de fuso, por rolos em um compactador a rolete, por exemplo, um Kollergan  
5 (moedor com recipiente) ou por engrenagens em um peletizador de engrenagem, por exemplo, um moinho de peletização vertical.

Os cristais podem ser alimentados ao dispositivo onde a peletização é realizada sem a necessidade de prover  
10 os mesmos com um revestimento, tal como um revestimento que melhora a adesão dos cristais entre si. Deve ser observado que a EP 1.884.506-A2 mesmo requer que os cristais de sulfato de amônio sejam completamente circundados pelo revestimento, por mistura dos mesmos com um aditivo sólido.

15 Especificamente para uma resistência a moagem alta e/ou resistência a abrasão alta é considerado vantajoso alimentar uma carga de cristal ao dispositivo onde a peletização é realizada, possuindo uma distribuição de tamanho de partícula ampla ou criar tal distribuição de  
20 tamanho de partícula do dispositivo antes da etapa de peletização. A distribuição pode ser monomodal (com uma razão de tamanho de partícula médio em peso alto para um tamanho de partícula médio numérico) ou polimodal (isto é, pelo menos bimodal).

25 É uma vantagem da invenção que, em princípio, as partículas peletizadas possam ser preparadas sem uso de quaisquer ligantes adicionais ou outros aditivos (além da umidade residual que pode estar presente nos cristais empregados).

30 Na prática, contudo, pode ser vantajoso incluir um

ou mais aditivos, por exemplo, um aditivo afetando uma propriedade física, um aditivo afetando o perfil de liberação de sulfato de amônio, elemento de traço (por exemplo, Cu, Zn, Mn, Mo) ou um corante. Em geral, caso  
5 empregados, tais aditivos são incluídos em uma quantidade menor em comparação ao sulfato de amônio. Geralmente, a quantidade total de aditivos é de 20% em peso ou menos, com base no peso total da carga a ser peletizada, preferivelmente de 10% ou menos, especificamente de 4% ou  
10 menos, mais especificamente de 2,0% ou menos ou 1,0% ou menos ou 0,5% ou menos, com base no peso total da carga.

Em uma concretização específica, a carga para o dispositivo onde a peletização é realizada (e as partículas peletizadas) compreende um ligante, geralmente em uma  
15 concentração de 10% em peso ou menos, especificamente em uma concentração de 5% em peso ou menos, preferivelmente em uma concentração de 2% ou menos, especificamente em uma concentração de 1,0% ou menos, mais especificamente em uma concentração de 0,5% em peso ou menos, com base no peso  
20 total. Caso presente, a concentração do ligante é geralmente inferior a 0,01% em peso, especificamente de pelo menos de 0,1% em peso ou pelo menos 0,3% em peso.

Especificamente, um ligante apropriado pode ser selecionado entre os ligantes que são geralmente  
25 considerados como seguros (GRAS) para aplicação em alimentos, tais como, do grupo de polissacarídeos GRAS, argilas GRAS. Exemplos de polissacarídeos especificamente apropriados incluem amido, celulose e derivados de GRAS dos mesmos, por exemplo, carboximetilcelulose). Exemplos de  
30 argilas especificamente apropriadas incluem caulim, argila

bentonita, argila atapulgita e terra de Fuller. Também um lignossulfonato pode ser empregado.

De modo a modificar o comportamento de fluxo da carga dentro do dispositivo de peletização (especificamente dentro da matriz ou no molde de um dispositivo de moldagem), uma quantidade menor de um modificador de fluxo líquido ou sólido pode ser adicionada aos cristais de sulfato de amônio, especificamente água. Caso usado, a concentração do modificador de fluxo adicionado será geralmente de 10% em peso ou menos, especificamente de 6% em peso ou menos, mais especificamente de 5% em peso ou menos, com base no peso total. Caso usado, a concentração do líquido adicionado será geralmente de pelo menos 0,1% em peso, especificamente de pelo menos 1% em peso, mais especificamente de pelo menos 2% em peso, pelo menos 3% em peso ou pelo menos 4% em peso com base no peso total. Caso desejado, o líquido pode ser removido das partículas peletizadas após a peletização. Isto pode ser realizado de um modo propriamente conhecido, por exemplo, por aquecimento (brando) das partículas peletizadas, por exemplo, a uma temperatura de até 80°C. Caso desejado, uma temperatura mais alta pode ser usada, porém de modo geral isto não é necessário. Assim, podem ser obtidas partículas peletizadas apresentando um teor de líquido (umidade) inferior a 1,0% em peso, menos de 0,5% em peso, 0,2% em peso ou menos ou 0,1% em peso ou menos.

A peletização através de uma matriz pode ser realizada usando qualquer tipo de dispositivo de peletização, onde as partículas peletizadas são formadas por um método envolvendo prensagem da carga (compreendendo

cristais de sulfato de amônio) através de uma matriz. Especificamente, é apropriado um extrusor selecionado do grupo de extrusores de fuso, extrusores Kollergang (moedores com recipiente) e peletizadores de engrenagem.

5 Outro exemplo de um método de peletização apropriado é a peletização usando um dispositivo de peletização em rolete.

É contemplado que o uso de um extrusor de fuso é especificamente vantajoso para provisão de partículas de sulfato de amônio peletizadas com uma alta resistência a  
10 moagem e/ou uma alta resistência a abrasão, também na ausência de um ligante e/ou água adicionados.

O emprego de um Kollergang é especificamente vantajoso para provisão de partículas de sulfato de amônio com resistência a moagem satisfatória e resistência a  
15 abrasão satisfatória em um rendimento relativamente alto.

Deve ser apreciado que no estado da técnica, vários outros métodos são descritos para preparação de partículas de sulfato de amônio, porém nenhum destes é considerado como uma técnica para peletização através de uma matriz de  
20 acordo com a presente invenção. Exemplos de tais documentos são o US4183738 A (técnica de granulação, por exemplo, por granulação em recipiente), US4305748 A (granulação por secagem em aspersão de sulfato de amônio finamente dividido), WO/9954030 (granulação a úmido com alta  
25 quantidade de ligante), US5078779 A (granulação a úmido com ligante reativo), etc.

Contudo, deve ser observado que a peletização da quieserita, um monohidrato sulfato de magnésio altamente instável, através de uma matriz e todos os tipos de  
30 equipamentos apropriados para este fim são estudados em uma

tese de A. Hoche (Technische Universität Bergakademie Freiberg, Alemanha; 13.09.2007). Não existem sinais da peletização através de uma matriz do sulfato de amônio. A única menção ao sulfato de amônio nesta tese se encontra no contexto do uso do sulfato de amônio como um coadjuvante na granulação, conforme revelado na DE-2748152.

De acordo com a invenção, a peletização pode ser realizada sem aquecer ou resfriar ativamente a matriz, embora, em princípio, isto seja possível. Por exemplo, a carga para o dispositivo de peletização pode ser adicionada ao extrusor em torno da temperatura ambiente (por exemplo, 15-25°C). Devido à fricção, a peletização geralmente conduz a um aumento na temperatura, a menos que o dispositivo de peletização seja resfriado. Assim, a temperatura das partículas que deixam o dispositivo de peletização tende a ser maior que a temperatura da carga. Um método da invenção pode geralmente ser realizado sob condições (conforme determinadas por um versado na técnica) onde a temperatura do grânulo de partícula deixando o dispositivo de peletização é inferior a 100°C, especificamente a uma temperatura de cerca de 90°C ou menos, mais especificamente a uma temperatura de cerca de 80°C ou menos. A temperatura das partículas deixando a matriz pode ser, por exemplo, de pelo menos 50°C, especificamente pelo menos 65°C. Bons resultados foram obtidos em um método onde a temperatura excedeu 70°C.

As partículas peletizadas podem ser submetidas a um tratamento adicional, especificamente um tratamento de acabamento, por exemplo, arredondando as bordas das partículas. O acabamento pode ser realizado de um modo

propriamente conhecido, para tratamento dos extrusados em geral.

Caso desejado, as partículas peletizadas podem ser providas com um revestimento, por exemplo, um revestimento protetor ou um revestimento para alterar o padrão de liberação do sulfato de amônio. Contudo, especificamente, as partículas de sulfato de amônio peletizadas não revestidas podem ser vantajosamente usadas como um fertilizante, de acordo com a invenção.

Além do sulfato de amônio (conforme identificado acima) as partículas podem compreender um ou mais outros ingredientes (também identificados acima).

Em uma concretização preferida, as partículas de sulfato de amônio peletizadas, opcionalmente secas, compreendem 0-2,0% em peso de ligante, especificamente um ligante inorgânico, 0-0,5% em peso de água e pelo menos 98% em peso de sulfato de amônio, com base no peso total. Em uma concretização especificamente preferida, o teor de sulfato de amônio é de pelo menos 99% em peso, o conteúdo do ligante, especificamente ligante inorgânico, é de 1,0% em peso ou menos e o teor de água é de cerca de 0,2% em peso ou menos. Em uma concretização específica, o teor de sulfato de amônio é de 99,9-100% em peso, qualquer restante sendo de água e/ou impurezas.

É uma vantagem da invenção que as partículas podem ser definidas possuindo dimensões bem delineadas (com apenas um pequeno desvio padrão) em relação a uma ampla faixa, por exemplo, possuindo um diâmetro médio numérico na faixa de cerca de 0,3 mm a cerca de 10 mm.

O número guia de tamanho (SGN) geralmente está na

faixa de cerca de 50 a 10.000.

O índice de uniformidade (UI), um índice que pode ser determinado de acordo com as medições e cálculos padrão conhecidos dos versados na técnica na indústria de fertilizantes, estaria preferivelmente na faixa de 40 a 75, mais preferivelmente de 45 a 65, mais preferivelmente de 50 a 60. Se o UI estiver muito baixo ou muito alto, o produto peletizado não pode ser apropriadamente usado em combinação com outros produtos fertilizantes e a distribuição no campo pode ser menos acertada.

Especificamente, as partículas peletizadas podem ser preparadas com um tamanho em pelo menos uma dimensão (tipicamente o diâmetro médio da partícula conformada cilindricamente na faixa de 0,3-10 mm). De acordo com a invenção, as partículas cilindricamente conformadas podem ser obtidas em um comprimento prontamente ajustável, geralmente na faixa de cerca de 0,2\* diâmetro até 15\* diâmetro, preferivelmente de 0,5\* diâmetro a 5\* diâmetro, mais preferivelmente de cerca da mesma dimensão conforme o diâmetro médio de partículas.

Em uma concretização específica, as partículas de sulfato de amônio peletizadas, de acordo com a invenção, possuem uma resistência à abrasão, conforme determinada por S-116 (vide em qualquer lugar neste pedido) de pelo menos 0,75%, especificamente de pelo menos 0,80%, mais especificamente de pelo menos 0,84%. O limite superior não é importante. Na prática, pode ser de pelo menos 0,95% ou mesmo de até 0,98% ou no máximo de até 1,0%.

A invenção será ilustrada agora pelos exemplos que se seguem.

**EXEMPLO 1**

Cristais de sulfato de amônio foram obtidos de um cristalizador de sulfato de amônio. O material cristalino foi classificado de modo a obter cerca de 50% em peso de uma fração de corte médio que seria comercializada como tal na forma de cristal (tamanho de partícula médio na faixa de 2 a 3 mm). Partículas sub e superdimensionadas foram combinadas e usadas para a etapa de peletização.

Estes cristais de sulfato de amônio foram submetidos a um tratamento de redução de tamanho usando um moinho de martelos para um tamanho médio de cerca de 150 µm (97% das partículas passadas através de um crivo de malha Tyler número 100). Estas partículas de sulfato de amônio foram então combinadas com caulim a 1% em peso (Suprex™; Kentucky-Tennessee Clay Company, Langley, South Carolina, USA) em um modelo de Amassador em Bateladas com Lâmina Sigma modelo KDHJ-20 e então misturadas com 6% em peso de água.

Esta mistura úmida foi alimentada, em uma razão estável de 320 kg/hora, em condições ambientes, a uma prensa de peletização Kahl 33-390 (um moinho de péletes verticais) por um sistema Alimentador em Círculo Modelo CS-300 (Amandus Kahl GmbH, Reinbek, Alemanha). A prensa era compreendida de uma matriz de 390 mm de diâmetro (possuindo uma razão de compressão de 3:1 (9,0 mm de passagem de prensa/3,0 mm de diâmetro) um eixo principal, dois roletes e um dispositivo de rompimento de pélete sob a matriz. O equipamento foi operado a uma pressão de  $8,0 \times 10^6$  Pa e em uma velocidade de eixo de 80 rpm, enquanto o motor puxou 38 amps. O tempo de residência foi de 36 segundos. A

temperatura das partículas que deixavam a matriz foi de 73°C.

Subsequentemente, as partículas de sulfato de amônio peletizadas produzidas foram secas em bateladas, em um secador por tombos, até um teor de umidade de menos de 1,0% em peso ser alcançado. Nesta etapa de secagem as péletes obtiveram uma aparência lisa e uniforme. As propriedades das péletes foram determinadas de acordo com os métodos de teste padrão de IFDC (International Fertilizer Development Center, Muscle Shoals, Alabama). Especificamente, os testes IFDC S-101 (umidade relativa crítica), S-102 (capacidade de escoamento), S-115 (resistência à moagem) e S-116 (resistência à abrasão do tambor giratório) foram realizados. Os resultados, em parte resumidos na Tabela 1, mostram que estas propriedades das partículas de sulfato de amônio peletizadas obtidas foram claramente melhores que os obtidos para os cristais de sulfato de amônio.

Tabela I

| Teste | Propriedade                                     | Dimensão | Cristais<br>(valor típico) | Péletes do<br>Exemplo 1 |
|-------|-------------------------------------------------|----------|----------------------------|-------------------------|
| S-101 | umidade relativa crítica                        | %        | 75-85                      | 80-85                   |
| A-102 | capacidade de escoamento,<br>25% não escoamento | minuto   | 175                        | 185                     |
|       | capacidade de escoamento,<br>50% não escoamento | minuto   | 220                        | 275                     |
|       | capacidade de escoamento,<br>75% não escoamento | minuto   | 280                        | 295                     |
| S-115 | resistência à moagem                            | kg/péle  | 1,5-2,5;                   | 2,0-3,0;                |

|                                                                                                                                                                 |                                              |    |                    |                      |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|----|--------------------|----------------------|
|                                                                                                                                                                 |                                              | te | média 2,0          | média > 2,5          |
|                                                                                                                                                                 | idem, traduzido*) no N                       | N  | 30-50;<br>média 40 | 40-60; média<br>> 50 |
| S-116                                                                                                                                                           | resistência à abrasão do<br>tambor giratório | %  | 0,2-1              | 0,84                 |
| *) Fator de conversão kg/pélete para N com base nas medições comparáveis realizadas pelos inventores de modo a ponderar a resistência a moagem para os cristais |                                              |    |                    |                      |

O Índice de Uniformidade das partículas de sulfato de amônio peletizadas foi determinado em 53, em um SGN (Número Guia de Tamanho) determinado em 301.

O armazenamento, transporte e outras propriedades das partículas de sulfato de amônio peletizadas são todos pelo menos comparáveis às propriedades dos cristais de sulfato de amônio.

#### **EXEMPLO 2**

O exemplo 1 foi repetido, porém o material de sulfato de amônio cristalino obtido do cristalizador de sulfato de amônio foi classificado de modo a obter cerca de 40% em peso de uma fração de corte médio possuindo um diâmetro de cristal médio de 1,5 mm que seria comercializada como tal. Novamente, as partículas sub e superdimensionadas foram combinadas e empregadas para a etapa de peletização.

Os resultado foram quase idênticos aos alcançados no Exemplo 1.

#### **EXEMPLO 3**

Como no Exemplo 1, o material de sulfato de amônio cristalino obtido do cristalizador de sulfato de amônio foi classificado de modo a obter cerca de 50% em peso de uma

fração de corte médio possuindo um diâmetro de cristal médio de 2-3 mm que seria comercializada como tal. Cem por cento da fração subdimensionada e 20% em peso das partículas superdimensionadas foram combinados e usados para a etapa de peletização, que agora foi realizada, em uma taxa de alimentação estável de cerca de 2 kg/hora, em um Moinho de Péletes California, sem qualquer pré-condicionamento adicional do material de cristal. Consequentemente, nenhuma moagem acontece e nenhum ligante é adicionado.

As partículas de sulfato de amônio peletizadas, uniformes com uma resistência a moagem que foi cerca de 20% maior que aquela do material cristalino foram obtidas. Nenhuma secagem adicional do material peletizado foi realizada.

### REIVINDICAÇÕES

1. Método para preparação de partículas de sulfato de amônio peletizadas como fertilizante, caracterizado por compreender:

- o fornecimento dos cristais de sulfato de amônio;
- o isolamento, a partir destes cristais, de uma fração compreendendo cristais possuindo um tamanho intermediário a partir dos cristais possuindo um tamanho pequeno e a partir dos cristais possuindo um tamanho grande, obtendo assim cristais remanescentes compreendidos de cristais possuindo tamanho pequeno e cristais possuindo tamanho grande, onde pelo menos 80% em volume da fração compreendendo cristais possuindo um tamanho intermediário é formado por cristais de sulfato de amônio possuindo um tamanho, conforme determinado por análise de classificação dentro da faixa de 0,05 a 4 mm; e

- a peletização através de uma matriz de pelo menos parte dos cristais remanescentes, isto é, pelo menos parte dos cristais a partir dos quais a fração compreendendo cristais apresentando o tamanho intermediário foi isolada, em um dispositivo de peletização que fratura e peletiza cristais formando, assim, partículas de sulfato de amônio peletizadas.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a fração compreendendo cristais possuindo um tamanho intermediário inclui cristais possuindo um tamanho que é igual ao diâmetro das partículas peletizadas.

3. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que os cristais remanescentes

são separados em uma fração compreendendo cristais possuindo um tamanho pequeno e uma fração compreendendo cristais possuindo um tamanho grande.

4. Método, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que pelo menos parte de cada uma de ambas as ditas frações é usada para a preparação de partículas de sulfato de amônio peletizadas.

5. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que os cristais de sulfato de amônio são peletizados juntos com pelo menos um componente selecionado do grupo consistindo em ligantes e água antes da peletização.

6. Método, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a concentração de água é de 2-10% em peso, a concentração de ligante é de 0,01-10% em peso e a concentração de sulfato de amônio é de 80-98%, tudo com base no peso total.

7. Método, de acordo com a reivindicação 5 ou 6, caracterizado pelo fato de que as partículas peletizadas obtidas são submetidas à secagem a um teor de umidade inferior a 1,0% em peso, especificamente de 0,2% ou menos.

8. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que, opcionalmente após a remoção da água, as partículas peletizadas compreendem pelo menos 95% em peso de sulfato de amônio, especificamente pelo menos 96,5% em peso de amônio, mais especificamente pelo menos 98% em peso de sulfato de amônio ou pelo menos 99% em peso de sulfato de amônio.

9. Método, de acordo com qualquer uma das

reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a peletização é realizada em um extrusor de fuso, em um peletizador de rolete ou em um peletizador de engrenagem.

10. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que as partículas peletizadas são submetidas a um tratamento de acabamento.

11. Partículas de sulfato de amônio peletizadas, como fertilizante, obteníveis pelo método como definido nas reivindicações 1 a 10, caracterizadas por compreenderem, pelo menos, 90% em peso de sulfato de amônio, as partículas possuindo uma resistência a moagem conforme determinada por teste IFDC S-115 que está em uma média acima de 2,5 kg/pélete e um formato cilíndrico.

12. Partículas de sulfato de amônio peletizadas, de acordo com a reivindicação 11, caracterizadas por compreenderem pelo menos 98% em peso de sulfato de amônio, especificamente pelo menos 99% em peso de sulfato de amônio.