

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
22 décembre 2005 (22.12.2005)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2005/121049 A2**

- (51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> : C05D 5/00, C05G 5/00
- (21) Numéro de la demande internationale : PCT/FR2005/001084
- (22) Date de dépôt international : 29 avril 2005 (29.04.2005)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :  
04 04827 5 mai 2004 (05.05.2004) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : MANUFACTURE DES ENGRAIS VITAL [FR/FR]; Usine Ste Thérèse-Entraigues, F-84320 Entraigues (FR).
- (72) Inventeur; et
- (75) Inventeur/Déposant (pour US seulement) : GILLET, Paul [FR/FR]; 11, Chemin des Capitaines, F-84320 Entraigues Sur La Sorgue (FR).
- (74) Mandataire : CABINET GERMAIN & MAUREAU; BP 6153, F-69466 Lyon Cedex 06 (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Publiée :**

— sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) Title: METHOD FOR CONTINUOUSLY PRODUCING GRANULATED FERTILIZER

(54) Titre : PROCEDE DE PRODUCTION EN CONTINU D'ENGRAIS SOUS FORME DE GRANULES

(57) Abstract: The invention concerns a method for continuously producing granulated fertilizer comprising the following steps: a) producing a mixture comprising lignite, magnesia oxide, at least one nutritive compound selected among nitrogen-containing nutritive compounds, phosphorus-containing nutritive compounds, potassium-containing nutritive compounds, carbon chain nutritive compounds of plant and/or animal origin and mixtures thereof, and the granules recycled at step e); b) granulating in an acid medium in the presence of water, overheated water vapour, sulphuric acid and the mixture obtained in a) until granules having a moisture content ranging between 3 to 19 wt. %, based on the weight of the granules, are obtained; c) drying the granules obtained in b) until a moisture content ranging between 0.1 and 15 wt. %, based on the weight of the granules, are obtained; d) sieving the granules and separating the granules; e) recycling in step a) oversized granules, preferably after grinding, and undersized granules. The invention also concerns a fertilizer material in the form of granules obtainable by said method.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de production en continu d'engrais sous forme de granulés comprenant les étapes suivantes : - a°) on réalise un mélange comprenant du lignite, de l'oxyde de magnésie, au moins un composé nutritif choisi parmi les composés nutritifs à base d'azote, les composés nutritifs à base de phosphore, les composés nutritifs à base de potassium, les composés nutritifs à base de chaînes carbonées d'origine végétale et/ou animale et leurs mélanges, et les granulés recyclées de l'étape e°), - b°) on réalise une granulation en milieu acide en présence d'eau, de vapeur d'eau surchauffée, d'acide sulfurique et du mélange obtenu en a°) jusqu'à obtention de granulés ayant un taux d'humidité allant de 3 à 19% en poids, par rapport au poids des granulés, - c°) on réalise un séchage des granulés obtenus en b°) jusqu'à obtention d'un taux d'humidité allant de 0,1 à 15% en poids, par rapport au poids des granulés, - d°) on réalise un tamisage des granulés et une séparation des granulés, - e°) on réalise le recyclage en étape a°) des granulés surdimensionnés, de préférence après broyage, et des granulés sous dimensionnés. L'invention concerne également une matière fertilisante sous forme de granulés susceptible d'être obtenue selon ce procédé.

WO 2005/121049 A2

## PROCEDE DE PRODUCTION EN CONTINU D'ENGRAIS SOUS FORME DE GRANULÉS

La présente invention concerne un procédé de production en continu de matières fertilisantes, en particulier à forte teneur en matière organique, sous forme de granulés.

Les matières fertilisantes sont souvent indispensables dans les cultures pour assurer ou améliorer la nutrition des végétaux, ainsi que les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols.

Ces matières fertilisantes peuvent se présenter sous diverses formes, liquide, pulvérulente ou encore solide, qui varient selon la technique d'épandage utilisée. Ainsi, l'épandage par semoir requiert des matières fertilisantes sous forme solide, comme par exemple les granulés, obtenus par granulation des matières premières de départ, ou encore les pellets et les bouchons, obtenus par extrusion.

Un des problèmes rencontrés par les utilisateurs de matières fertilisantes solides épandues par semoir est la résistance mécanique, en particulier la résistance à l'abrasion, des granulés, des pellets et des bouchons. En effet, ceux-ci ne doivent pas se désagréger au contact les uns des autres ni au contact avec la machine chargée de les épandre sur les cultures. Par ailleurs, ils doivent pouvoir se déliter rapidement en milieu humide. Pour cela, on préfère généralement les granulés qui peuvent présenter une meilleure résistance mécanique et qui sont faciles à stocker.

Cependant, certaines matières fertilisantes particulières, comme les amendements organiques, fortement dosés en matière organique et capables d'améliorer et de maintenir une bonne qualité structurale du complexe argilo-humique du sol sont classiquement obtenus par agglomération au travers de filières ou encore par extrusion et commercialisés sous formes de pellets ou encore de bouchons.

En effet, il est particulièrement difficile de réaliser des granulés fortement dosés en matière organique du fait de la composition grasse et fibreuse de ces matières. En effet, la granulation industrielle d'amendements organiques sous forme de perles uniformes faciles à stocker, à ensacher et à épandre à l'aide de semoirs traditionnels utilisés par les agriculteurs, est difficile à obtenir en respectant de bons rendements de granulation, en

conservant une bonne rentabilité qualitative, quantitative, énergétique, tout en limitant les coûts d'entretiens de l'appareillage industriel.

Les amendements organiques sous forme de pellets ou bouchons  
5 sont difficilement stockables en vrac, et présentent de fortes tendances à la désagrégation sous forme de poussières.

Des procédés de production de granulés comprenant des matières organiques sont connus.

Ainsi, il est connu selon le document AU 621 944 de réaliser la  
10 granulation en milieu alcalin de matières organiques en présence de lignite. Toutefois, les granulés obtenus comportent un fort taux d'humidité qui ne permet pas un bon rendement de granulation. Par ailleurs, la proportion de matières organiques dans ces granulés reste faible.

La Demanderesse a découvert de façon surprenante qu'en  
15 choisissant des matières premières bien particulières et en maintenant un taux d'humidité particulier tout au long des étapes du procédé, c'est-à-dire, lors du mélange des matières premières puis lors de la granulation, et au sein des produits obtenus, et ce de façon à pouvoir recycler une partie de ces produits, il était possible de réaliser un procédé de production de matières fertilisantes  
20 sous forme de granulés en continu, notamment comprenant une teneur élevée en matières organiques, le dit procédé présentant un rendement de granulation particulièrement élevé.

La présente invention porte sur un procédé de production de matières fertilisantes sous forme de granulés, en particulier comprenant une  
25 haute teneur en matières organiques, ayant un rendement de granulation particulièrement élevé.

Par rendement de granulation, on entend au sens de la présente demande le pourcentage en poids sec de l'engrais granulé ayant la taille désirée dans la matière après séchage, mais avant tamisage.

30 Ainsi, la présente invention porte sur un procédé de production en continu de matières fertilisantes sous forme de granulés comprenant les étapes suivantes :

- a°) on réalise un mélange comprenant du lignite, de l'oxyde de magnésie, au moins un composé nutritif choisi parmi les composés nutritifs à  
35 base d'azote, les composés nutritifs à base de phosphore, les composés nutritifs à base de potassium, les composés nutritifs à base de chaînes

carbonées d'origine végétale et/ou animale et leurs mélanges, et les granules recyclées de l'étape e°),

- b°) on réalise une granulation en milieu acide en présence d'eau, de vapeur d'eau surchauffée, d'acide sulfurique et du mélange obtenu en a°) jusqu'à obtention de granules ayant un taux d'humidité allant de 3 à 19% en poids, par rapport au poids des granules,

- c°) on réalise un séchage des granules obtenues en b°) jusqu'à obtention d'un taux d'humidité allant de 0,1 à 15% en poids, par rapport au poids des granules,

- d°) on réalise un tamisage des granules et une séparation des granulés,

- e°) on réalise le recyclage en étape a°) des granules surdimensionnées, de préférence après broyage, et des granules sous dimensionnées.

La présente invention porte encore sur une matière fertilisante sous forme de granulés, susceptible d'être obtenue selon le procédé décrit ci-dessus.

Le procédé selon l'invention permet en particulier l'obtention d'amendements organiques à haute teneur en matières organiques sous forme de granulés, ainsi que des engrais organiques, organo-minéraux et minéraux sous forme de granulés parfaitement résistants à la manutention et à l'épandage ultérieur.

Par « composé nutritif », on entend au sens de la présente demande tout composé chimique minéral ou organique comportant au moins un élément fertilisant, comme par exemple, l'azote, le phosphore ou le potassium, ou au moins une chaîne carbonée d'origine végétale ou animale.

Par « granulés », on entend, au sens de la présente invention, des granules perlées, sensiblement sphériques, de composition et de taille homogènes, ne s'effritant pas au stockage et à la manutention. De préférence, ces granulés présentent une dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest®, allant de 5 à 15 kg/cm<sup>2</sup>. De préférence, ces granulés présentent un diamètre moyen de taille des particules allant de 2,6 mm à 4,5 mm.

Au sens de la présente demande, on entend, par « granule » un agglomérat homogène produit dans le granulateur, sensiblement sphérique, présentant toute taille possible.

Au sens de la présente demande, on entend par « granule recyclée », une granule sortant du séchoir et arrivant au crible ou tamisage et ne présentant pas la taille requise pour l'emballage, le stockage et l'épandage sous forme de granulés.

5 Au sens de la présente demande, on entend, par « matières fertilisantes » les engrais, les amendements organiques et, d'une manière générale, tous les produits dont l'emploi est destiné à assurer ou à améliorer la nutrition des végétaux, ainsi que les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols.

10 Par « amendement organique », on entend au sens de la présente demande, les matières fertilisantes composées principalement de combinaisons carbonées d'origine végétale, oxydées, fermentées ou fermentiscibles, destinées à l'entretien ou à la reconstitution du stock de matière organique du sol et dont la teneur en chacun des éléments fertilisants  
15 N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et K<sub>2</sub>O est strictement inférieure à 3% en poids par rapport au poids de l'amendement organique.

Au sens de la présente demande, on entend par « engrais » les matières fertilisantes dont la fonction principale est d'apporter aux plantes des éléments directement utiles à leur nutrition, comme les éléments fertilisants  
20 majeurs, les éléments fertilisants secondaires et les oligo-éléments.

Les engrais comprennent l'ensemble des engrais minéraux, des engrais organo-minéraux et des engrais organiques.

Par « engrais minéraux », on entend les engrais à base d'azote minéral, de phosphore, de potassium et/ou de leurs mélanges.

25 Par « engrais organo-minéraux », on entend les engrais à base d'azote minéral, d'azote organique, de phosphore, de potassium et/ou de leurs mélanges.

Par « engrais organiques » on entend des engrais obtenus à partir de produits ou de sous-produits d'origine animale et/ou végétale contenant de  
30 l'azote organique et sans incorporation de matières minérales.

Dans une première étape du procédé selon l'invention, on réalise un mélange comprenant du lignite, de l'oxyde de magnésie, au moins un composé nutritif et les granules recyclées provenant de l'étape e°) du procédé en continu selon l'invention et qui seront décrites plus loin.

35 Le lignite est un composé naturel comprenant des argiles, de l'acide humique, de l'acide fulvique et des matières organiques nobles et

humifères. Le lignite provient de la décomposition prolongée, sur plusieurs millions d'années, des plantes. De préférence, le lignite a un rapport carbone : oxygène de l'ordre de 3 :1. Le lignite est commercialement disponible sous différentes formes. De préférence, on utilisera du lignite sous forme de poudre.

5 De préférence, le lignite utilisé dans la présente invention comprend une teneur en argiles allant de 15% à 25%, et de préférence d'environ 20%, en poids par rapport au poids du lignite. De préférence, la teneur en acide humique et en acide fulvique dans le lignite va de 15% à 35%, en poids, par rapport au poids du lignite.

10 Le lignite est de préférence introduit dans le mélange sous forme de poudre de diamètre moyen de taille des particules allant de 0,1 à 10 mm.

Le lignite utilisé présente de préférence un taux d'humidité allant de 15% à 20%, en poids, par rapport au poids du lignite.

15 De préférence, le lignite est introduit dans le mélange à une teneur allant de 150 à 500 kg/t, et de préférence encore de 250 à 300 kg/t dans le mélange.

L'oxyde de magnésie utilisé dans la présente invention est de préférence sous forme de poudre finement broyée.

20 L'oxyde de magnésie est de préférence introduit dans le mélange à une teneur allant de 20 à 60 kg/t, de préférence de 30 à 35 kg/t.

Les composés nutritifs sont de préférence choisis parmi les composés nutritifs à base d'azote, les composés nutritifs à base de phosphore, les composés nutritifs à base de potassium, les composés nutritifs à base de chaînes carbonées d'origine végétale ou animale et leurs mélanges.

25 Les composés nutritifs à base d'azote sont de préférence choisis parmi l'urée, le nitrate d'ammonium, les phosphates d'ammonium, le sulfate d'ammoniaque, l'ammoniac, sous la forme d'ammoniac gazeux, d'ammoniac liquide ou de solutions aqueuses d'ammoniac, les matières organiques contenant de l'azote organique et leurs mélanges.

30 Les composés nutritifs à base de phosphore sont de préférence choisis parmi l'acide phosphorique, les phosphates d'ammonium, comme le phosphate di-ammonique ou le phosphate mono-ammonique, le superphosphate simple, le superphosphate double, le superphosphate triple, les phosphates de potassium et leurs mélanges.

35 Les composés nutritifs à base de potassium sont de préférence choisis parmi le sulfate de potassium, le chlorure de potassium, le nitrate de

potassium, l'hydroxyde de potassium, les phosphates de potassium et leurs mélanges.

Dans une forme préférée de réalisation du procédé de l'invention, le mélange de l'étape a°) comprend au moins un composé nutritif à base de chaînes carbonées d'origine végétales et/ou animales.

Le ou les composés nutritifs à base de chaînes carbonées d'origine végétale et/ou animale sont de préférence choisis parmi la farine de plumes, les déchets verts, les matières organiques compostées d'origine végétale, les écorces de pin vieilles, les tourteaux de café, de soja et/ou de cacao, les fumiers, les boues urbaines et leurs mélanges. De préférence, la farine de plumes hydrolysée utilisée est traitée à 3 bars à 140°C pendant 20 min, conformément au règlement CE 1774/2002. De préférence encore, la farine de plumes utilisée pour la présente invention est traitée à 100°C pendant 8 à 9 heures. De préférence, cette farine de plumes est un mélange de protéines hydrolysées.

Les composés nutritifs à base d'azote, de phosphore ou de potassium présentent de préférence un taux d'humidité allant de 3 à 10% en poids, par rapport au poids total de ces composés. Les composés nutritifs à base de chaînes carbonées d'origine végétale et/ou animale présentent de préférence un taux d'humidité allant de 15 à 60% en poids, par rapport au poids total de ces composés.

Les composés nutritifs sont introduits dans le mélange à une teneur allant de préférence de 500 kg/t à 850 kg/t, de préférence de 700 à 750 kg/t.

Les composés nutritifs sont de préférence pesés sous forme de poudres sur un tapis peseur. Le mélange est ensuite introduit dans le granulateur à l'aide d'une trémie.

Dans une deuxième étape du procédé selon l'invention, on réalise une granulation du mélange en milieu acide en présence d'eau, de vapeur d'eau surchauffée et d'acide sulfurique jusqu'à obtention de granules ayant un taux d'humidité allant de 3 à 19% en poids, et de préférence de 3 à 15% en poids, par rapport au poids des granules.

La granulation est de préférence effectuée sur un plateau granulateur équipé d'un injecteur de vapeur surchauffée et de rampes de pulvérisation d'acide sulfurique et d'eau. Le granulateur est de préférence un granulateur à plateau, par exemple du type Heirich® de dimensions 2,92 m de diamètre et 1,07 m de profondeur. Le plateau tourne de préférence à une

vitesse de 14 tr/min. Le produit a généralement un temps de séjour d'environ 7 à 10 minutes dans le granulateur.

De préférence, de l'acide sulfurique à des concentrations pouvant aller de 30 à 70% en poids est introduit à des quantités allant de 3 à 15% en poids par rapport au poids du mélange présent dans le granulateur, sous forme pulvérisée, par exemple à l'aide des rampes de pulvérisation. La présence d'acide sulfurique permet la création in situ de sulfate de magnésium par réaction avec l'oxyde de magnésie. Cette réaction permet une meilleure agglomération du produit et la recristallisation du sulfate de magnésium pendant le séchage permet une meilleure tenue du produit lors du stockage.

Dans un autre mode de réalisation du procédé de l'invention, du sulfate de magnésium est ajouté lors de la granulation. De préférence, ce sulfate de magnésium est ajouté sous forme de kiesérite, ou d'un sel mixte du magnésium et/ou du potassium, comme le patent kali, le korn kali, ou encore la kainite. Ainsi, de préférence, de la kiesérite est introduite à une quantité allant de 4 à 15% en poids, par rapport au poids du mélange présent dans le granulateur. Dans un autre mode de réalisation de l'invention, du patent kali est introduit à une quantité allant de 5 à 15% en poids, par rapport au poids du mélange présent dans le granulateur. En particulier, le patent kali étant un produit biologique, son utilisation permet l'obtention d'un produit fini utilisable en agriculture biologique.

De la vapeur surchauffée, de préférence à une température allant de 120°C à 160°C et de préférence d'environ 140°C, est également introduite dans le granulateur en même temps que l'acide sulfurique à l'aide d'un injecteur. Cette vapeur d'eau peut être introduite en différents points du granulateur. Elle est de préférence introduite en une quantité d'environ 500 kg/heure. Cette vapeur d'eau sert généralement à dissoudre la kiesérite ou le sel mixte du magnésium et/ou du potassium et les autres sels minéraux présents dans le mélange.

De l'eau est également introduite en même temps que l'acide sulfurique et la vapeur surchauffée à l'aide de rampes de pulvérisation. Cette eau est généralement introduite à température ambiante et en une quantité allant de 100 à 500 litres par heure.

Lors de l'étape de granulation, des granules sont produites. Ces granules présentent généralement un diamètre moyen de tailles des particules allant de 0,8 à 8 mm. A la sortie du granulateur, ces granules présentent de

préférence un taux d'humidité allant de 3 à 19%, en poids, et de préférence encore de 3 à 15% en poids, par rapport au poids des granules. Lorsque la matière fertilisante produite sous forme de granules est un engrais minéral, organo-minéral ou organique, les granules présentent de préférence un taux d'humidité allant de 3 à 7% en poids, par rapport au poids des granules. Lorsque la matière fertilisante produite sous forme de granules est un amendement organique, les granules présentent de préférence un taux d'humidité allant de 15 à 19% en poids, par rapport au poids des granules.

Le pH des granules, à la sortie du granulateur, va de préférence de 2,2 à 7, de préférence encore de 2,8 à 6,8.

A la sortie du granulateur, la température des granules va de préférence de 40°C à 90°C, et de préférence encore est d'environ 75°C .

Dans une troisième étape du procédé selon l'invention, on réalise un séchage des granules jusqu'à obtention d'un taux d'humidité allant de 0,1 à 15% en poids, par rapport au poids des granules.

Le séchage est réalisé dans un séchoir à l'aide d'air chaud. Ce séchoir peut par exemple présenter un diamètre de 1,82 m et une longueur de 15 m, dont une longueur utile de 14 m, une vitesse de rotation de 8,33 tours/min et un débit d'air chaud d'environ 28 000 Nm<sup>3</sup>/h. La température de l'air chaud à l'entrée du séchoir va de préférence de 150 °C à 400°C, et de préférence de 180°C à 350°C. La température de l'air à la sortie du séchoir va de préférence de 40°C à 110°C, de préférence de 75°C à 95°C.

Le temps de séchage peut varier de 20 à 45 minutes selon le rendement de la granulation.

A la fin de l'étape de séchage, les granules présentent un taux d'humidité allant de 0,1 à 15%, en poids par rapport au poids des granules. Pour les engrais minéraux, organiques et organo-minéraux, les granules présentent de préférence un taux d'humidité allant de 0,1 à 2,5%, en poids, par rapport au poids des granules.

Pour les amendements organiques, les granules présentent un taux d'humidité allant de 7 à 15%, en poids, par rapport au poids des granules.

Dans une forme préférée de réalisation du procédé de l'invention, les granules présentent, à la fin de l'étape de séchage, un taux de matière organique allant de 6 à 70% en poids , de préférence de 50 à 70% en poids, par rapport au poids des granules.

Dans une quatrième étape du procédé selon l'invention, les granules obtenues à l'étape précédente sont tamisées. L'ensemble des granules séchées est soumis de préférence à un premier tamisage sur un tamis dont la grille présente des mailles carrées de 5,5 mm X 5,5 mm. Les granules surdimensionnées, c'est-à-dire celles ne passant pas cette grille, sont  
5 séparées. Les granules ayant passé ce premier tamisage sont soumises à un second tamisage sur un tamis dont la grille présente des mailles rectangulaires de 2,7 mm X 50 mm. Les granules ne passant pas cette grille présentent de préférence un diamètre moyen de taille des particules allant de 2,6 mm à 4,5  
10 mm. Ce sont en particulier les granulés produits par le procédé selon l'invention. Ces granulés sont emballés et stockés afin d'être vendus comme engrais minéral, organo-minéral ou organique ou amendement organique.

Les granules sous dimensionnées, c'est-à-dire celles passant ce deuxième tamis, sont également séparées.

15 Les granules surdimensionnées, c'est-à-dire ne passant pas le premier tamis, et les granules sous dimensionnées, c'est-à-dire passant le deuxième tamis, sont recyclées et réintroduites à l'étape a°) du procédé selon l'invention.

Les granules recyclées, comprenant l'ensemble des granules surdimensionnées et sous dimensionnées, ont un taux d'humidité allant de 0,1  
20 à 15% en poids, par rapport au poids des granules.

De préférence, les granules surdimensionnées sont broyées avant d'être recyclées à l'étape a°) du procédé selon l'invention.

Grâce au taux d'humidité particulier des granules obtenues lors de  
25 la granulation, le rendement de granulation du procédé selon l'invention est particulièrement élevé. De préférence, ce rendement de granulation va de 30% à 70% et de préférence de 50% à 70%.

La présente invention va maintenant être illustrée à l'aide des exemples suivants.

30

#### **EXEMPLE 1 :**

On dispose de 300 kg/t de lignite, de 59 kg/t d'urée, de 584 kg/t de sulfate d'ammoniaque, de 31 kg/t d'oxyde de magnésie finement broyée. Ces  
35 matières sont pesées sur un tapis peseur, puis mélangées dans une trémie et introduites dans un granulateur Heirich®.

La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 100 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité  
5 d'environ 100 litres.

A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 5 à 6,5 et est de préférence environ 5,7. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 55°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

Les granules sont ensuite séchées au sein d'un séchoir. La  
10 température d'entrée du séchoir va de 150°C à 350°C, et est de préférence de 180°C. La température de sortie du séchoir va de 55°C à 95°C et est de préférence 80°C.

A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 0,1 à 1,5%, et est de préférence 0,5%, en poids, par rapport au poids  
15 des granules.

Après tamisage, on obtient un engrais simple azoté sous forme de granulés. Les granulés obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure. De tels granulés présentent une résistance suffisante pour être utilisés dans des machines agricoles à épandre.

20 La répartition granulométrique des granulés va de 2,6 à 4,5 mm.

La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest® est de 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

Le rendement de granulation va de 30% à 40%.

## 25 **EXEMPLE 2 :**

On dispose de 287 kg/t de lignite, de 230 kg/t de farine de plumes hydrolysée (conforme au règlement CE 1774/2002), de 427 kg/t de sulfate d'ammoniaque, de 31 kg/t d'oxyde de magnésie. Ces matières sont pesées sur  
30 un tapis peseur, puis mélangées dans une trémie et introduites dans un granulateur Heirich®.

La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 100 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité  
35 d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité d'environ 100 litres.

A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 2,2 à 4,5 et est de préférence environ 2,8. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 55°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

A la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité allant de 4 à 6%, et de préférence de 5%, en poids, par rapport au poids des granules.

Les granules sont ensuite séchées au sein d'un séchoir. La température d'entrée du séchoir va de 250°C à 400°C, et est de préférence de 350°C. La température de sortie du séchoir va de 75°C à 110°C et est de préférence 95°C.

A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 0,5 à 4%, et de préférence 2%, en poids, par rapport au poids des granules.

Après tamisage, on obtient un engrais organo-minéral à base d'azote, dit engrais organo-minéral N sous forme de granulés.

Les granulés obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure.

La répartition granulométrique des granulés va de 2,6 à 4,5 mm.

La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest® est de: 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

Le rendement de granulation va de 50% à 70%.

### EXEMPLE 3 :

On dispose de 250 kg/t de lignite, de 78 kg/t de phosphate di-ammonique, de 384 kg/t de farine de plumes hydrolysée (conforme au règlement CE 1774/2002), de 169 kg/t de sulfate d'ammoniaque, de 76 kg/t superphosphate simple à 18% en poids, de 31 kg/t d'oxyde de magnésie. Ces matières sont pesées sur un tapis peseur, mélangées dans une trémie et introduites dans un granulateur Heirich®.

La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 100 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité d'environ 100 litres.

A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 2,2 à 4,5 et est de préférence environ 2,8. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 55°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

5 A la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité allant de 4 à 6%, et de préférence de 5%, en poids, par rapport au poids des granules.

Les granules sont ensuite séchées au sein d'un séchoir. La température d'entrée du séchoir va de 250°C à 400°C, et est de préférence de 350°C. La température de sortie du séchoir va de 75°C à 110°C et est de  
10 préférence 95°C.

A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 0,5 à 4%, et de préférence 2%, en poids, par rapport au poids des granules.

Après tamisage, on obtient un engrais organo-minéral à base  
15 d'azote et de phosphore, dit engrais organo-minéral NP, sous forme de granulés.

Les granulés obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure.

La répartition granulométrique des granulés va de 2,6 à 4,5 mm.

20 La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest® est de 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

Le rendement de granulation va de 50% à 60%.

#### EXEMPLE 4 :

25

On dispose de 274 kg/t de lignite, de 77 kg/t de farine de plumes hydrolysée (conforme au règlement CE 1774/2002), de 284 kg/t de sulfate d'ammoniaque, de 290 kg/t de sulfate ou de chlorure de potassium, de 31 kg/t d'oxyde de magnésie. Ces matières sont pesées sur un tapis peseur,  
30 mélangées dans une trémie et introduites dans un granulateur Heirich®.

La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 100 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité  
35 d'environ 100 litres.

A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 2,2 à 4,5 et est de préférence environ 2,8. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 55°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

5 A la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité allant de 4 à 6%, et de préférence de 5%, en poids, par rapport au poids des granules.

Les granules sont ensuite séchées au sein d'un séchoir. La température d'entrée du séchoir va de 250°C à 400°C, et est de préférence de 350°C. La température de sortie du séchoir va de 75°C à 110°C et est de  
10 préférence 95°C.

A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 0,5 à 4%, et de préférence 2%, en poids, par rapport au poids des granules.

Après tamisage, on obtient un engrais organo-minéral à base  
15 d'azote et de potassium, dit engrais organo-minéral NK, sous forme de granulés.

Les granulés obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure.

La répartition granulométrique des granulés va de 2,6 à 4,5 mm.

20 La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest® est de 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

Le rendement de granulation va de 50% à 60%.

#### EXEMPLE 5 :

25

On dispose de 300 kg/t de lignite, de 323 kg/t de sulfate d'ammoniaque, de 315 kg/t de sulfate ou de chlorure de potassium, de 31 kg/t d'oxyde de magnésie, Ces matières sont pesées sur un tapis peseur, mélangées dans une trémie et introduites dans un granulateur Heirich®.

30 La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 100 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité d'environ 100 litres.

A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 2,2 à 4,5 et est de préférence environ 4. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 55°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

5 A la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité allant de 4 à 6%, et de préférence de 5%, en poids, par rapport au poids des granules.

Les granules sont ensuite séchées au sein d'un séchoir. La température d'entrée du séchoir va de 250°C à 400°C, et est de préférence de 350°C. La température de sortie du séchoir va de 75°C à 110°C et est de  
10 préférence 95°C.

A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 0,5 à 4%, et de préférence 2%, en poids, par rapport au poids des granules.

Après tamisage, on obtient un engrais minéral à base d'azote et de  
15 potassium, dit engrais minéral NK, sous forme de granulés.

Les granulés obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure.

La répartition granulométrique des granulés va de 2,6 à 4,5 mm.

La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc  
20 d'essai Versatest® est de: 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

Le rendement de granulation va de 30% à 50%.

#### EXEMPLE 6 :

25

On dispose de 250 kg/t de lignite, de 80 kg/t de farine de plumes hydrolysée (conforme au règlement CE 1774/2002), de 142 kg/t de sulfate d'ammoniaque, de 112 kg/t de phosphate di-ammonique, de 154 kg/t de superphosphate simple à 18% en poids, de 260 kg/t de sulfate de potassium,  
30 de 22 kg/t d'oxyde de magnésie. Ces matières sont mélangées et introduites dans un granulateur à l'aide d'une trémie.

La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 80 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité  
35 d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité d'environ 100 litres.

A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 2,2 à 4,5 et est de préférence environ 2,8. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 55°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

5 A la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité allant de 4 à 6%, et de préférence de 5%, en poids, par rapport au poids des granules.

Les granules sont ensuite séchés au sein d'un séchoir. La température d'entrée du séchoir va de 250°C à 400°C, et est de préférence de 350°C. La température de sortie du séchoir va de 75°C à 110°C et est de  
10 préférence 95°C.

A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 0,5 à 4%, et de préférence 2%, en poids, par rapport au poids des granulés.

On obtient un engrais organo-minéral à base d'azote, de  
15 phosphore et de potassium, dit engrais organo-minéral NPK, sous forme de granulés.

Les granulés obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure.

La répartition granulométrique des granulés va de 2,6 à 4,5 mm.

20 La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest® est de: 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

Le rendement de granulation va de 50 à 60%.

#### EXEMPLE 7 :

25

On dispose de 280 kg/t de lignite, de 730 kg/t de matière organique compostée d'origine végétale, de 60 kg/t d'oxyde de magnésie. Ces matières sont pesées sur un tapis peseur, mélangées dans une trémie et introduites dans un granulateur Heirich®.

30 La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 85 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité d'environ 100 litres.

A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 6 à 7 et est de préférence environ 6,2. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 40°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

5 A la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité d'environ 19%, en poids, par rapport au poids des granules.

Les granules sont ensuite séchées au sein d'un séchoir. La température des gaz à l'entrée du séchoir va de 250°C à 350°C, et est de préférence de 350°C. La température des gaz à la sortie du séchoir va de 40°C à 95°C et est de préférence 75°C.

10 A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 10% à 19%, et de préférence 15%, en poids, par rapport au poids des granules. A la sortie du séchoir, le pH des granules va de préférence de 6,5 à 7,5 et est de préférence d'environ 6,8.

Après tamisage, on obtient un amendement organique sous forme de granules. La quantité de matière organique dans l'amendement organique sous forme de granules est de 60% en poids, par rapport au poids de l'amendement organique.

A la température de sortie du séchoir et au pH de sortie du séchoir, les micro-organismes peuvent rapidement continuer l'humification des matières organiques contenues dans le produit fini et ainsi contribuer rapidement et efficacement à l'amélioration du complexe argilo-humique du sol.

Les granules obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure.

La répartition granulométrique des granules va de 2,6 à 4,5 mm.

25 La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest® est de: 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

Le rendement de granulation est d'environ 40%.

### EXEMPLE 8 :

30

On dispose de 338 kg/t de lignite, de 658 kg/t d'écorce de pins vieillie, de 60 kg/t d'oxyde de magnésie. Ces matières sont pesées sur un tapis peseur, mélangées dans une trémie et introduites dans un granulateur Heirich®.

35

La granulation est réalisée en milieu acide. Pour cela, 142 kg/t d'acide sulfurique à 70% en poids sont ajoutés.

La vapeur d'eau est introduite à environ 140°C en une quantité d'environ 500 kg/heure. De l'eau est également introduite en une quantité d'environ 100 litres.

5 A la sortie du granulateur, le pH des granules va de 6 à 7 et est de préférence environ 6,2. La température des granules, à la sortie du granulateur va de 40°C à 80°C, et est de préférence d'environ 75°C.

A la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité d'environ 19%, en poids, par rapport au poids des granules.

10 Les granules sont ensuite séchées au sein d'un séchoir. La température des gaz à l'entrée du séchoir va de 250°C à 350°C, et est de préférence de 350°C. La température des gaz à la sortie du séchoir va de 40°C à 95°C et est de préférence 75°C.

15 A la sortie du séchoir, les granules présentent un taux d'humidité allant de 10% à 19%, et de préférence 15%, en poids, par rapport au poids des granules. A la sortie du séchoir, le pH des granules va de préférence de 6,5 à 7,5 et est de préférence d'environ 6,8.

20 Après tamisage, on obtient un amendement organique à haute teneur en matières organiques, sous forme de granulés. La quantité de matière organique dans l'amendement organique sous forme de granulés est de 60% en poids, par rapport au poids de l'amendement organique.

A la température de sortie du séchoir et au pH de sortie du séchoir, les micro-organismes peuvent rapidement continuer l'humification des matières organiques contenues dans le produit fini et ainsi contribuer rapidement et efficacement à l'amélioration du complexe argilo-humique du sol.

25 Les granulés obtenus résistent particulièrement bien au stockage et à la manutention ultérieure.

La répartition granulométrique des granulés va de 2,6 à 4,5 mm.

La dureté, mesurée selon la méthode de compression au banc d'essai Versatest® est de: 6kg/cm<sup>2</sup> minimum.

30 Le rendement de granulation est d'environ 40%.

## REVENDEICATIONS

1. Procédé de production en continu de matières fertilisantes sous  
5 forme de granulés comprenant les étapes suivantes :

- a°) on réalise un mélange comprenant du lignite, de l'oxyde de magnésie, au moins un composé nutritif choisi parmi les composés nutritifs à base d'azote, les composés nutritifs à base de phosphore, les composés nutritifs à base de potassium, les composés nutritifs à base de chaînes carbonées d'origine végétale et/ou animale et leurs mélanges, et les granules recyclées de l'étape e°),  
10

- b°) on réalise une granulation en milieu acide en présence d'eau, de vapeur d'eau surchauffée, d'acide sulfurique et du mélange obtenu en a°) jusqu'à obtention de granules ayant un taux d'humidité allant de 3 à 19% en poids, par rapport au poids des granules,  
15

- c°) on réalise un séchage des granules obtenues en b°) jusqu'à obtention d'un taux d'humidité allant de 0,1 à 15% en poids, par rapport au poids des granules,

- d°) on réalise un tamisage des granules et une séparation des  
20 granulés,

- e°) on réalise le recyclage en étape a°) des granules surdimensionnées, de préférence après broyage, et des granules sous dimensionnées.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les  
25 composés nutritifs à base d'azote sont choisis parmi l'urée, le nitrate d'ammonium, les phosphates d'ammonium, le sulfate d'ammoniaque, l'ammoniac, sous la forme d'ammoniac gazeux, d'ammoniac liquide ou de solutions aqueuses d'ammoniac, les matières organiques contenant de l'azote organique et leurs mélanges.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que les  
30 composés nutritifs à base de phosphore sont choisis parmi l'acide phosphorique, les phosphates d'ammonium, comme le phosphate di-ammonique ou le phosphate mono-ammonique, le superphosphate simple, le superphosphate double, le superphosphate triple, les phosphates de potassium  
35 et leurs mélanges.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les composés nutritifs à base de potassium sont choisis parmi le sulfate de potassium, le chlorure de potassium, le nitrate de potassium, l'hydroxyde de potassium, les phosphates de potassium et leurs  
5 mélanges.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange de l'étape a°) comprend au moins un composé nutritif à base de chaînes carbonées d'origine végétales et/ou animales.

10 6. Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le ou les composés nutritifs à base de chaînes carbonées d'origine végétale et/ou animale sont choisis parmi la farine de plumes, les déchets verts, les matières organiques compostées d'origine végétale, les écorces de pin vieilles, les tourteaux de café, de soja et/ou de cacao, les fumiers, les  
15 boues urbaines et leurs mélanges.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le lignite présente un taux d'humidité allant de 15% à 20%, en poids par rapport au poids du lignite.

20 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les composés nutritifs à base d'azote, de phosphore ou de potassium présentent un taux d'humidité allant de 3 à 10% en poids, par rapport au poids total de ces composés.

25 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les composés nutritifs à base de chaînes carbonées d'origine végétale et/ou animale présentent un taux d'humidité allant de 15 à 60% en poids, par rapport au poids total de ces composés.

30 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que de l'acide sulfurique à des concentrations allant de 30 à 70% en poids est introduit à des quantités allant de 3 à 15% en poids, par rapport au poids du mélange présent dans le granulateur, sous forme pulvérisée.

35 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que du sulfate de magnésium est ajouté lors de la granulation, de préférence, sous forme de kiesérite, ou d'un sel mixte du magnésium et/ou du potassium, comme le patent kali, le korn kali, ou encore la kaïnite.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, à la sortie du granulateur, les granules présentent un taux d'humidité allant de 3 à 15% en poids, par rapport au poids des granules.

5 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, à la fin de l'étape de séchage, les granules présentent un taux de matière organique allant de 6 à 70%, de préférence de 50 à 70% en poids, par rapport au poids des granules.

10 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la teneur en acide humique et en acide fulvique dans le lignite va de 15% à 35%, en poids, par rapport au poids du lignite.

15 15. Matière fertilisante sous forme de granulés, susceptible d'être obtenue selon le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14.