

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 985 265**

51 Int. Cl.:

C05C 1/00 (2006.01)

C05C 5/04 (2006.01)

C05C 7/00 (2006.01)

C05C 9/00 (2006.01)

C05G 3/90 (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.12.2019 PCT/EP2019/086526**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.06.2020 WO20127870**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.12.2019 E 19831717 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.02.2024 EP 3898555**

54 Título: **Proceso para obtener una composición de fertilizante que comprende un inhibidor de nitrificación de DMPSA mediante adición de sales de DMPSA en la masa fundida de fertilizante**

30 Prioridad:

21.12.2018 EP 18215085

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.11.2024

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**STAAL, MAARTEN;
THIEL, UWE;
SCHMID, MARKUS;
ZERULLA, WOLFRAM;
PASDA, GREGOR;
SCHNEIDER, KARL-HEINRICH y
FROEHLING, PETER**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 985 265 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para obtener una composición de fertilizante que comprende un inhibidor de nitrificación de DMPSA mediante adición de sales de DMPSA en la masa fundida de fertilizante

5

La presente invención se refiere a un proceso para obtener una composición de fertilizante que comprende un inhibidor de nitrificación de DMPSA mediante la adición de sales de DMPSA en la masa fundida de fertilizante. El nitrógeno es un elemento esencial para el crecimiento y reproducción de plantas. Aproximadamente 25 % del nitrógeno disponible en las plantas en los suelos (amonio y nitrato) se origina a partir de procesos de descomposición (mineralización) de compuestos orgánicos de nitrógeno tal como humus, residuos de plantas y animales y fertilizantes orgánicos. De manera aproximada 5 % se deriva de las precipitaciones. Sin embargo, a nivel mundial, la mayor parte (70 %) se suministra a la planta por fertilizantes de nitrógeno inorgánico. Sin el uso de fertilizantes de nitrógeno, la tierra no podría ser capaz de soportar su población actual.

10

15

Los microorganismos del suelo convierten el nitrógeno orgánico en amonio (NH_4^+) que posteriormente se oxida a nitrato (NO_3^-) en un proceso conocido como nitrificación. Aunque es muy importante para la agricultura, el nitrato es altamente móvil en el suelo y se puede perder fácilmente de los suelos por lixiviación a las aguas subterráneas. El nitrógeno se pierde aún más por desnitrificación microbiológica en formas gaseosas de nitrógeno. Como resultado de las diferentes pérdidas, de manera aproximada 50 % del nitrógeno aplicado se pierde durante el año posterior a la adición de fertilizantes (ver Nelson y Huber; Nitrification inhibitors for corn production (2001), National Corn Handbook, Iowa State University).

20

Los inhibidores de nitrificación, tal como los compuestos de pirazol, se pueden usar a fin de reducir la nitrificación y en consecuencia, incrementar la eficacia de fertilización y disminuir los niveles de nitrógeno en las aguas subterráneas y superficiales y los niveles de óxido de nitrógeno en la atmósfera. Un problema asociado con el uso de compuestos de pirazol es su volatilidad, que da por resultado pérdidas del inhibidor de nitrificación durante el almacenamiento. A fin de abordar este problema, se han descrito derivados de pirazol con grupos hidrófilos en la técnica anterior.

25

WO 96/24566 describe métodos para producir derivados de pirazol de baja volatilidad con grupos hidrófilos tal como ácido 2-(3-metil-1H-pirazol-1-il) succínico para usarse como inhibidores de nitrificación.

30

WO 2011/032904 y WO 2013/121384 describen ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico como inhibidor de nitrificación.

35

WO 2015/086823 se refiere, entre otros, a una mezcla de fertilizantes y una formulación que comprende ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico. WO 2015/086823 divulga que los gránulos de fertilizantes minerales, preferentemente fertilizantes minerales de nitrato de calcio y amonio, se recubren o impregnan con ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico al rociarse con una solución del inhibidor de nitrificación y secase nuevamente. En el caso de fertilizantes líquidos de nitrato de calcio y amonio (CAN), WO 2015/086823 divulga que el ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico también se puede adicionar directamente a fertilizantes líquidos de CAN. EP 3 109 223 divulga una mezcla para el tratamiento de fertilizantes que contienen urea que comprende como componente A una triamida (tio) fosfórica y como componente B, ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico.

40

Sin embargo, los procesos descritos en la técnica anterior para obtener una composición de fertilizante que comprende ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico pueden tener la desventaja de que la producción de la composición de fertilizante no es homogénea, es bastante compleja, requiere pasos o aparatos adicionales, o no se integra en el proceso de producción de fertilizante.

45

Por lo tanto, uno de los objetos de la presente invención es proporcionar un proceso para obtener una composición de fertilizante que comprende una sal de potasio o amonio o diamonio de inhibidor de nitrificación de DMPSA que produce una composición de fertilizante homogénea, es bastante simple y se integra completamente en el proceso de producción de fertilizante.

50

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para obtener una composición de fertilizante que comprende una sal de potasio o amonio o diamonio de inhibidor de nitrificación de DMPSA que tiene una larga estabilidad de almacenamiento con respecto a DMPSA, por ejemplo, bajo diferentes condiciones de temperatura.

55

Se ha encontrado sorprendentemente que los objetos anteriores de la presente invención se pueden lograr por los procesos de la presente invención como se describe en la presente.

60

Entonces, la presente invención se refiere a un proceso para obtener una composición de fertilizante que comprende

(i) al menos un fertilizante que contiene nitrógeno (F); y

(ii) un inhibidor de nitrificación (N) seleccionado del grupo que consiste en una sal de amonio, una sal de potasio y/o una sal de diamonio de ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico y/o ácido 2-(4,5-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico, que comprende los pasos:

65

a) fundir el fertilizante (F), y/o proporcionar una masa fundida del fertilizante (F), y

b) adicionar el inhibidor de nitrificación (N) a la masa fundida del fertilizante (F).

Como se usa en la presente, el término "ácido 2-(dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico" (también abreviado como DMPSA en lo sucesivo) se refiere preferentemente a ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico, ácido 2-(4,5-dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico o una combinación de los mismos. Se va a entender que la sal de ácido 2-(dimetil-1H-pirazol-1-il) succínico puede estar presente en las composiciones de la invención en forma desprotonada, de tal forma que se forme el succinato de hidrógeno (monoanión) o succinato (dianión) correspondiente. "% en peso" significa "por ciento en peso".

"Fundir" significa cambiar el estado de la materia de estado sólido a estado líquido, al calentar el sólido a una temperatura por arriba o cerca de su punto de fusión y/o al mezclar el sólido con líquidos, por ejemplo, para crear una suspensión espesa.

Una temperatura "cercana a su punto de fusión" significa una temperatura de no más de 30 °C, más preferentemente no más de 20 °C, más preferentemente no más de 15 °C, en particular preferentemente no más de 10 °C, en particular no más de 5 °C por debajo del punto de fusión correspondiente.

La fusión del fertilizante (F) se puede lograr al calentar el fertilizante (F) por arriba o cerca de su punto de fusión y/o al mezclar el sólido con líquidos, por ejemplo, para crear una suspensión espesa. En una realización preferida, se considera que el paso de fusión se completa si al menos 40 % en peso, más preferentemente al menos 50 % en peso, más preferentemente al menos 60 % en peso, en particular preferentemente al menos 70 % en peso, en particular más preferentemente al menos 80 % en peso, en particular más preferentemente al menos 90 % en peso, en particular al menos 95 % en peso de fertilizante (F) está presente en el estado líquido. En una realización preferida, se considera que se proporciona una masa fundida de fertilizante (F) si al menos 40 % en peso, más preferentemente al menos 50 % en peso, más preferentemente al menos 60 % en peso, en particular preferentemente al menos 70 % en peso, en particular más preferentemente al menos 80 % en peso, en particular más preferentemente al menos 90 % en peso, en particular al menos 95 % en peso de fertilizante (F) está presente en el estado líquido.

Los pasos a) y/o b) anteriores se llevan a cabo preferentemente a temperaturas de 80 °C a 200 °C, más preferentemente a temperaturas de 90 °C a 190 °C, más preferentemente a temperaturas de 100 °C a 180 °C, en particular preferentemente a temperaturas de 110 °C a 170 °C, en particular más preferentemente a temperaturas de 120 °C a 160 °C, en particular a temperaturas de 130 °C a 150 °C. En una realización preferida de la presente invención, los pasos a) y/o b) anteriores se llevan a cabo a una temperatura de más de 80 °C, más preferentemente más de 90 °C, más preferentemente más de 100 °C, en particular más de 110 °C, en particular preferentemente más de 120 °C. En otra realización preferida de la presente invención, los pasos a) y/o b) anteriores se llevan a cabo a una temperatura por arriba del punto de fusión del fertilizante (F). En otra realización preferida de la presente invención, los pasos a) y/o b) anteriores se llevan a cabo a una temperatura cercana al punto de fusión del fertilizante (F). En otra realización preferida de la presente invención, los pasos a) y/o b) anteriores se llevan a cabo a una temperatura de no más de 30 °C, más preferentemente no más de 20 °C, más preferentemente no más de 15 °C, en particular preferentemente no más de 10 °C, en particular no más de 5 °C por debajo del punto de fusión del fertilizante (F).

Opcionalmente, en una realización preferida de la presente invención, especialmente en caso de que los pasos a) y/o b) anteriores se lleven a cabo a una temperatura por debajo del punto de fusión del fertilizante (F), se adiciona una cantidad adicional de líquido, preferentemente agua, al fertilizante (F) en el paso a) anterior, en particular para permitir la fusión. Si se adiciona, la cantidad adicional de líquido, preferentemente agua, es preferentemente 0,1 a 15 % en peso, más preferentemente 0,5 a 10 % en peso, más preferentemente 1 a 9 % en peso, en particular preferentemente 2 a 8 % en peso, en particular más preferentemente 3 a 7 % en peso, en particular 4 a 6 % en peso con respecto a la cantidad total del fertilizante (F).

Opcionalmente, en una realización preferida de la presente invención, el proceso comprende después del paso b) el paso c): solidificar la masa fundida del fertilizante (F) que comprende el inhibidor de nitrificación (N).

"Solidificación" significa cambiar el estado de la materia de estado líquido a estado sólido, ya sea al enfriarse por debajo del punto de fusión y/o al remover líquidos, por ejemplo, mediante evaporación.

La solidificación del fertilizante (F) se puede lograr por enfriamiento. Se considera que el paso de solidificación se completa si al menos 40 % en peso, más preferentemente al menos 50 % en peso, más preferentemente al menos 60 % en peso, en particular preferentemente al menos 70 % en peso, en particular más preferentemente al menos 80 % en peso, en particular más preferentemente al menos 90 % en peso, en particular al menos 95 % en peso de la masa fundida del fertilizante (F) que comprende el inhibidor de nitrificación (N) está presente en el estado sólido.

El inhibidor de nitrificación (N) se usa en grado técnico o preferentemente con una pureza de 80 a 100 % en peso, más preferentemente de 90 a 100 % en peso, más preferentemente de 95 a 100 % en peso.

En una realización de la presente invención, el inhibidor de nitrificación (N) es la sal de amonio de ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico y/o ácido 2-(4,5-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico.

En una realización de la presente invención, el inhibidor de nitrificación (N) es la sal de potasio de ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico y/o ácido 2-(4,5-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico.

5 En una realización de la presente invención, el inhibidor de nitrificación (N) es la sal de diamonio de ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico y/o ácido 2-(4,5-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico.

10 La composición de fertilizante contiene preferentemente de 10 a 100000 ppm en peso, más preferentemente de 100 a 10000 ppm en peso, más preferentemente de 0,03 a 0,5 % en peso, en particular 0,05 a 0,2 % en peso de DMPSA o una sal del mismo, que preferentemente en gran medida se distribuye homogénea en la composición de fertilizante.

15 Preferentemente, el tiempo de residencia del inhibidor de nitrificación (N) en la masa fundida del fertilizante que contiene nitrógeno (F) se ajusta de tal manera que al menos 70 % en peso, más preferentemente al menos 75 % en peso, más preferentemente al menos 80 % en peso, en particular preferentemente al menos 85 % en peso, en particular al menos 90 % en peso del inhibidor de nitrificación (N) como se adiciona en el paso b) todavía está presente en la composición de fertilizante.

20 Preferentemente, el tiempo de residencia del inhibidor de nitrificación (N) en la masa fundida del fertilizante que contiene nitrógeno (F) no es más de 19 minutos, más preferentemente no más de 15 minutos, más preferentemente no más de 12 minutos, en particular preferentemente no más de 10 minutos, en particular más preferentemente no más de 8 minutos, en particular más preferentemente no más de 7 minutos, en particular no más de 6 minutos, por ejemplo no más de 5 minutos, por ejemplo preferentemente no más de 4 minutos, por ejemplo más preferentemente no más de 3 minutos, por ejemplo más preferentemente no más de 2 minutos, por ejemplo no más de 1 minuto.

25 El término "fertilizantes" se va a entender como compuestos químicos aplicados para promover el crecimiento de plantas y frutos. Los fertilizantes se aplican habitualmente a través del suelo (para captación por las raíces de plantas), a través de los sustituyentes del suelo (también para captación por las raíces de plantas) o por alimentación foliar (para captación a través de las hojas). El término también incluye mezclas de uno o más tipos diferentes de fertilizantes como se menciona más adelante.

30 El término "fertilizantes" se puede subdividir en varias categorías que incluyen: a) fertilizantes orgánicos (compuestos de materia vegetal/animal), b) fertilizantes inorgánicos (compuestos de productos químicos y minerales) y c) fertilizantes que contienen urea.

35 Los fertilizantes orgánicos incluyen estiércol, por ejemplo, estiércol líquido, estiércol semilíquido, estiércol de biogás, estiércol estable o estiércol de paja, suspensión espesa, agua de estiércol líquida, lodo de aguas residuales, humus de lombrices, turba, algas marinas, compost, aguas negras y guano. Los cultivos de estiércol verde (cultivos de cobertura) también se cultivan regularmente para adicionar nutrientes (especialmente nitrógeno) al suelo. Los fertilizantes orgánicos fabricados incluyen, por ejemplo, compost, harina de sangre, harina de huesos y extractos de algas marinas. Ejemplos adicionales son proteínas digeridas con enzimas, harina de pescado y harina de plumas. El residuo de cultivos en descomposición de años anteriores es otra fuente de fertilidad.

40 Los fertilizantes inorgánicos usualmente se fabrican a través de procesos químicos (tal como, por ejemplo, el proceso Haber-Bosch), también usando depósitos que se presentan de manera natural, en tanto que los alteran químicamente (por ejemplo, superfosfato triple concentrado). Los fertilizantes inorgánicos que se presentan de manera natural incluyen nitrato de sodio chileno, fosfato de roca de mina, piedra caliza, sulfato de potasa, muriato de potasa y fertilizantes de potasa cruda.

45 Los fertilizantes sólidos habituales están en una forma cristalina, sedimentada o granulada. Los fertilizantes inorgánicos que contienen nitrógeno habituales son nitrato de amonio, nitrato de calcio y amonio, sulfato de amonio, nitrato de sulfato de amonio, nitrato de calcio, fosfato de diamonio, fosfato de monoamonio, tio sulfato de amonio y cianamida de calcio.

50 El fertilizante inorgánico puede ser un fertilizante de NPK. Los "fertilizantes de NPK" son fertilizantes inorgánicos formulados en concentraciones y combinaciones apropiadas que comprenden los tres nutrientes principales nitrógeno (N), fósforo (P) y potasio (K), así como habitualmente S, Mg, Ca y oligoelementos. Los "fertilizantes de NK" comprenden los dos nutrientes principales nitrógeno (N) y potasio (K), así como habitualmente S, Mg, Ca y oligoelementos. Los "fertilizantes de NP" comprenden los dos nutrientes principales nitrógeno (N) y fósforo (P), así como habitualmente S, Mg, Ca y oligoelementos.

55 El fertilizante que contiene urea puede, en realizaciones específicas, ser urea de formaldehído, UAN, azufre de urea, urea estabilizada, fertilizantes de NPK basados en urea o sulfato de amonio de urea. También se prevé el uso de urea como fertilizante. En caso de que se usen o se proporcionen fertilizantes que contienen urea o urea, se prefiere particularmente que los inhibidores de ureasa como se definió anteriormente en la presente se puedan adicionar o estar presentes adicionalmente, o se usen al mismo tiempo o en relación con los fertilizantes que contienen urea.

60 Los fertilizantes se pueden proporcionar en cualquier forma adecuada, por ejemplo, como gránulos recubiertos o no recubiertos, en forma líquida o semilíquida, como fertilizante rociable, o mediante fertirrigación, etc.

Los fertilizantes recubiertos se pueden proporcionar con una amplia gama de materiales. Los recubrimientos se pueden aplicar, por ejemplo, a fertilizante de nitrógeno (N) granular o granulado o a fertilizantes de múltiples nutrientes. Habitualmente, la urea se usa como material base para la mayoría de los fertilizantes recubiertos. Sin embargo, la presente invención también contempla el uso de otros materiales de base para fertilizantes recubiertos, cualquiera de los materiales fertilizantes definidos en la presente. En ciertas realizaciones, el azufre elemental se puede usar como recubrimiento de fertilizante. El recubrimiento se puede realizar al rociar S fundido sobre gránulos de urea, seguido de una aplicación de cera selladora para cerrar las fisuras en el recubrimiento. En una realización adicional, la capa S se puede cubrir con una capa de polímeros orgánicos, preferentemente una capa delgada de polímeros orgánicos. En otra realización, los fertilizantes recubiertos son preferentemente mezclas físicas de fertilizantes recubiertos y no recubiertos.

Se pueden proporcionar fertilizantes recubiertos previstos adicionales al hacer reaccionar polímeros basados en resina en la superficie del gránulo de fertilizante. Un ejemplo adicional de proporcionar fertilizantes recubiertos incluye el uso de polímeros de polietileno de baja permeabilidad en combinación con recubrimientos de alta permeabilidad.

En realizaciones específicas, la composición y/o espesor del recubrimiento de fertilizante se puede ajustar para controlar, por ejemplo, la velocidad de liberación de nutrientes para aplicaciones específicas. La duración de la liberación de nutrientes de fertilizantes específicos puede variar, por ejemplo, de varias semanas a muchos meses.

Se pueden proporcionar fertilizantes recubiertos como fertilizantes de liberación controlada (CRF). En realizaciones específicas, estos fertilizantes de liberación controlada son fertilizantes de N-P-K completamente recubiertos, que son homogéneos y que habitualmente muestran una longevidad de liberación predefinida. En realizaciones adicionales, los CRF se pueden proporcionar como productos fertilizantes de liberación controlada mezclados que pueden contener componentes recubiertos, no recubiertos y/o de liberación lenta. En ciertas realizaciones, estos fertilizantes recubiertos pueden comprender adicionalmente micronutrientes. En realizaciones específicas, estos fertilizantes pueden mostrar una longevidad predefinida, por ejemplo, en el caso de fertilizantes de N-P-K.

Adicionalmente, los ejemplos previstos de CRF incluyen fertilizantes de liberación con patrón. Estos fertilizantes habitualmente muestran patrones de liberación predefinidos (por ejemplo, hi/estándar/lo) y una longevidad predefinida. En realizaciones de ejemplo, N-P-K, Mg y micronutrientes completamente recubiertos se pueden administrar de una manera de liberación con patrón.

También se prevén enfoques de doble recubrimiento o fertilizantes recubiertos basados en una liberación programada.

En realizaciones adicionales, la mezcla de fertilizantes se puede proporcionar como, o puede comprender o contener un fertilizante de liberación lenta. El fertilizante puede, por ejemplo, liberarse durante cualquier período de tiempo adecuado, por ejemplo, durante un período de 1 a 5 meses, preferentemente hasta 3 meses. Ejemplos habituales de ingredientes de fertilizantes de liberación lenta son IBDU (isobutilidendiurea), por ejemplo, que contiene aproximadamente 31-32 % de nitrógeno, de lo cual 90 % es insoluble en agua; o UF, es decir, un producto de urea-formaldehído que contiene aproximadamente 38 % de nitrógeno, de lo cual aproximadamente 70 % se puede proporcionar como nitrógeno insoluble en agua; o CDU (crotonilidendiurea) que contiene aproximadamente 32 % de nitrógeno; o MU (metileno urea) que contiene aproximadamente 38 a 40 % de nitrógeno, de lo cual 25-60 % es habitualmente nitrógeno insoluble en agua fría; o MDU (metileno diurea) que contiene aproximadamente 40 % de nitrógeno, de lo cual menos de 25 % es nitrógeno insoluble en agua fría; o MO (metilol urea) que contiene aproximadamente 30 % de nitrógeno, que se puede usar habitual en soluciones; o DMTU (diimetileno triurea) que contiene aproximadamente 40 % de nitrógeno, de lo cual menos de 25 % es nitrógeno insoluble en agua fría; o TMTU (trimetileno tetraurea), que se puede proporcionar como componente de productos de UF; o TMPU (trimetileno pentaurea), que también se puede proporcionar como componente de productos de UF; o UT (solución de urea triazona) que de manera habitual contiene aproximadamente 28 % de nitrógeno. La mezcla de fertilizantes también puede ser un fertilizante que porta nitrógeno a largo plazo que contiene una mezcla de acetilendiurea y al menos otro fertilizante orgánico que porta nitrógeno seleccionado de metilendiurea, isobutilidendiurea, crotonilidendiurea, triazonas sustituidas, triuret o mezclas de los mismos.

Cualquiera de los fertilizantes o formas de fertilizante mencionados anteriormente se puede combinar adecuadamente. Por ejemplo, se pueden proporcionar fertilizantes de liberación lenta como fertilizantes recubiertos. También se pueden combinar con otros fertilizantes o tipos de fertilizantes. Lo mismo se aplica a la presencia de la composición de la presente invención, que se puede adaptar a la forma y naturaleza química del fertilizante y en consecuencia, se puede proporcionar de tal manera que su liberación acompañe a la liberación del fertilizante, por ejemplo, se libera al mismo tiempo o con la misma frecuencia.

Preferentemente, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) se selecciona del grupo que consiste en nitrato de amonio, nitrato de calcio y amonio, sulfato de amonio, nitrato de sulfato de amonio, nitrato de calcio, fosfato de diamonio, fosfato de monoamonio, tiosulfato de amonio, cianamida de calcio, fertilizantes de NPK, fertilizantes de NK, fertilizantes de NP y urea. Más preferentemente, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) se selecciona del grupo que consiste en nitrato de amonio, nitrato de calcio y amonio, sulfato de amonio, nitrato de sulfato de amonio y fertilizantes de NPK. Más preferentemente, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) se selecciona del grupo que consiste en nitrato de calcio y amonio, sulfato de amonio y nitrato de sulfato de amonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es nitrato de amonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es nitrato de calcio y amonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es sulfato de amonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es nitrato de sulfato de amonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es nitrato de calcio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es fosfato de diamonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es fosfato de monoamonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es tio sulfato de amonio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es cianamida de calcio.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es un fertilizante de NPK.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es un fertilizante de NK.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es un fertilizante de NP.

En una realización preferida de la presente invención, el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es urea.

Ejemplos

La presente invención se ilustra por el ejemplo 1 y ejemplo 2 más adelante.

Materiales

ASN: Fertilizante de nitrato de sulfato de amonio de Eurochem
15-5-20: 15-5-20S+2 fertilizante Nitrophoska perfekt de Eurochem
DMPSA sólido

Formulación de DMPSA-K: Se adicionó DMPSA sólido a una solución acuosa de KOH de tal forma que finalmente se obtiene una solución de sal de potasio de DMPSA con pH 8,0 y una concentración de 36 % de equivalentes de ácido de DMPSA.

Formulación de DMPSA-NH₄: Se adicionó DMPSA sólido a una solución acuosa de NH₃ de tal forma que finalmente se obtiene una solución de sal de amonio de DMPSA con pH 7,6 y una concentración de 41 % de equivalentes de ácido DMPSA.

Ejemplo 1

Se adicionaron 500 g de ASN + 20 ml de agua a una bandeja metálica y se calentó a 135 °C +/- 5 °C bajo agitación continua usando un agitador superior. Después de que se fundió todo el ASN, se adicionó la cantidad respectiva de formulación de DMPSA bajo agitación continua. Después de 1, 5, 10 y 15 minutos, se tomaron ~60 g de muestra y se vertieron en una bandeja de aluminio y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 30 min. Posteriormente, la muestra se trituró en piezas pequeñas usando un mortero. Se analizaron 2 x 15 g de muestra, cada una disuelta en 100 ml de agua, usando el método de HPLC DIN EN 17090 y se promediaron las concentraciones de a.i. medidas. Los resultados en la tabla 1 muestran que DMPSA y formulaciones de DMPSA y se pueden adicionar a la masa fundida de ASN siempre y cuando el tiempo de residencia en la masa fundida sea menor de 5 minutos. A tiempos de residencia más largos, ambas formulaciones de NH₄ y K son más estables en comparación con DMPSA sólido.

Tabla 1

		Cantidad adicionada a la masa fundida de ASN		Cantidad de DMPSA medida (% en peso con base en la mezcla total) en muestras tomadas en diferentes puntos en el tiempo		
	Formulación	Formulación (g)	Principio activo (% en peso con base en la mezcla total)	5 min	10 min	15 min
EXP1-1	DMPSA en polvo	0,91	0,18	0,17	0,12	0,06
EXP1-2	DMPSA-K	2,50	0,18	0,16	0,15	0,11
EXP1-3	DMPSA-NH ₄	2,25	0,18	0,17	0,17	0,16
Recuperación de DMPSA (% en peso) en muestras tomadas en diferentes puntos en el tiempo						
		5 min	10 min	15 min		
		93	66	33		
		91	82	63		
		93	94	86		

Ejemplo 2

5 Se adicionaron 500 g de fertilizante 15-5-20 NPK + 30 ml de agua a una bandeja metálica y se calentó a 135 °C \pm 5 °C bajo agitación continua usando un agitador superior. Después de que se fundió todo el fertilizante, se adicionó la cantidad respectiva de formulación de DMPSA bajo agitación continua. Después de 1, 5, 10 y 15 minutos, se tomaron ~60 g de muestra y se vertieron en una bandeja de aluminio y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 30 min. Posteriormente, la muestra se trituró en piezas pequeñas usando un mortero. Se analizaron 2 x 15 g de muestra, cada una disuelta en 100 ml de agua, usando el método de HPLC DIN EN 17090 y se promediaron las concentraciones de a.i. 10 medidas. Los resultados en la tabla 2 muestran que DMPSA y formulaciones de DMPSA y se pueden adicionar a la masa fundida de 15- 5-20 siempre y cuando el tiempo de residencia en la masa fundida sea menor de 5 minutos. A tiempos de residencia más largos, ambas formulaciones de NH₄ y K son más estables en comparación con DMPSA sólido.

Tabla 2

		Cantidad adicionada a la masa fundida 15-5-20		Cantidad de DMPSA medida (% en peso con base en la mezcla total) en muestras tomadas en diferentes puntos en el tiempo		
	Formulación	Formulación (g)	Principio activo (% en peso con base en la mezcla total)	5 min	10 min	15 min
EXP2-1	DMPSA en polvo	0,41	0,08	0,07	0,06	0,03
EXP2-2	DMPSA-K	1,11	0,08	0,08	0,07	0,06
EXP2-3	DMPSA-NH ₄	1,04	0,09	0,08	0,08	0,07
Recuperación de DMPSA (% en peso) en muestras tomadas en diferentes puntos en el tiempo						
		5 min	10 min	15 min		
		91	78	41		
		95	83	75		

ES 2 985 265 T3

		Cantidad adicionada a la masa fundida 15-5-20		Cantidad de DMPSA medida (% en peso con base en la mezcla total) en muestras tomadas en diferentes puntos en el tiempo		
Formulación	Formulación (g)	Principio activo (% en peso con base en la mezcla total)	5 min	10 min	15 min	
99	90		81			

REIVINDICACIONES

1. Proceso para obtener una composición de fertilizante que comprende
- 5 (i) al menos un fertilizante que contiene nitrógeno (F); y
(ii) un inhibidor de nitrificación (N) seleccionado de la sal de amonio, diamonio o potasio de ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico y/o ácido 2-(4,5-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico;
que comprende los pasos:
- 10 a) fundir el fertilizante (F), y/o proporcionar una masa fundida del fertilizante (F), y
b) adicionar el inhibidor de nitrificación (N) a la masa fundida del fertilizante (F).
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde el fertilizante que contiene nitrógeno (F) se selecciona del grupo que consiste en nitrato de amonio, nitrato de calcio y amonio, sulfato de amonio, nitrato de sulfato de amonio, nitrato de calcio, fosfato de diamonio, fosfato de monoamonio, tiosulfato de amonio, cianamida de calcio, fertilizantes de NPK, fertilizantes de NK, fertilizantes de NP y urea.
- 15 3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es nitrato de sulfato de amonio.
- 20 4. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde el fertilizante que contiene nitrógeno (F) es un fertilizante de NPK.
5. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el tiempo de residencia del inhibidor de nitrificación (N) en la masa fundida del fertilizante que contiene nitrógeno (F) se ajusta de tal manera que al menos 70 % en peso del inhibidor de nitrificación (N) como se adiciona en el paso b) todavía está presente en la composición de fertilizante.
- 25 6. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el tiempo de residencia del inhibidor de nitrificación (N) en la masa fundida del fertilizante que contiene nitrógeno (F) no es más de 15 minutos.
- 30 7. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el fertilizante que contiene nitrógeno (F) contiene de 10 a 100000 ppm en peso del inhibidor de nitrificación (N).
8. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el fertilizante que contiene nitrógeno (F) contiene 0,03 a 0,5 % en peso del inhibidor de nitrificación (N).
- 35 9. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además después del paso b) el paso c): solidificar la masa fundida del fertilizante (F) que comprende el inhibidor de nitrificación (N).
- 40 10. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde se adiciona una cantidad adicional de líquido al fertilizante (F) en el paso a) anterior.
11. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10, donde el líquido es agua.
- 45 12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10 u 11, donde la cantidad adicional de líquido es 0,5 a 10 % en peso con respecto a la cantidad total del fertilizante (F).