

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 886 961**

51 Int. Cl.:

C01D 5/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.03.2017 PCT/EP2017/056491**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.09.2017 WO17162547**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.03.2017 E 17711217 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.06.2021 EP 3433209**

54 Título: **Método para la producción de sulfato de potasio soluble**

30 Prioridad:

21.03.2016 EP 16161478

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

21.12.2021

73 Titular/es:

**TESENDERLO GROUP NV (100.0%)
Troonstraat 130
1050 Brussel, BE**

72 Inventor/es:

**LUTS, PETER;
WHITE, NICOLAS;
CLAEYS, AURÉLIEN;
MAERTENS, FAYE y
BROCKMANS, GEORGES MARINUS ALFONS**

74 Agente/Representante:

MARTÍN DE LA CUESTA, Alicia María

ES 2 886 961 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

Método para la producción de sulfato de potasio soluble

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para producir sulfato de potasio soluble de buena calidad a partir de sulfato de potasio con propiedades de disolución relativamente pobres.

10 Antecedentes de la invención

Los fertilizantes se usan desde hace mucho tiempo. Generalmente, el suelo recibe los componentes necesarios como el nitrógeno (urea, nitrato), el fósforo (fosfato), el potasio (como la sal), el azufre (sulfato, tiosulfato o sulfito), o mediante fertilizantes orgánicos.

15 Los fertilizantes disueltos se usan a menudo en fertirrigación y pulverizaciones foliares. En fertirrigación, por ejemplo, los fertilizantes se usan para regar plantas (fertirrigación) en, por ejemplo, invernaderos, cultivos de alto valor o áreas densamente cultivadas. La fertirrigación también se usa cada vez más para limitar la cantidad de fertilizante que se proporciona a un área, porque el fertilizante se usa de una manera más eficiente. También ha quedado claro que la aplicación de fertilizantes sobre las hojas de las plantas puede resultar ventajosa, porque los componentes se pueden ser absorber directamente por la planta. Dichos fertilizantes se disuelven en agua y se aplican mediante pulverización, lo que se denomina como pulverización foliar. La aplicación de fertilizantes en forma disuelta, para fertirrigación y pulverizaciones foliares, requiere altos estándares de calidad para evitar la obstrucción de las boquillas de pulverización, en particular en aplicaciones por goteo, burbujeo y/o microfertirrigación y foliar.

25 El sulfato de potasio (a menudo llamado sulfato de potasa, abreviado como SOP) es un fertilizante de uso común para pulverización foliar y/o fertirrigación. El fertilizante de sulfato de potasio para uso foliar se usa, por ejemplo, para tabaco, verduras y frutas. La aplicación foliar de sulfato de potasio para cultivos de acres extensos incluye cultivos de tubérculos o raíces tales como papas o remolacha azucarera; cereales como el maíz, el arroz, el trigo, la cebada, los cereales y similares; o cultivos oleaginosos, como la soja, el girasol, la colza o el maní; u otros cultivos como el trébol, el algodón o la mostaza. Este uso para cultivos de acres extensos es menos común pero de importancia cada vez mayor. Los cultivos para fertirrigación incluyen frutas, como la fresa, los cítricos y las frutas de hueso o manzanas, verduras como frijoles, cucurbitáceas, tomates, té, café, tabaco y similares.

35 El sulfato de potasio se puede producir en una gran cantidad de procesos.

El método más común para producir sulfato de potasio es el proceso de Mannheim, que es la reacción del cloruro de potasio con ácido sulfúrico a altas temperaturas. Las materias primas se vierten en el centro de un horno de mufla calentado a más de 600 °C. El sulfato de potasio se produce, junto con el ácido clorhídrico, en una reacción de dos etapas a través del bisulfato de potasio. Este método para crear SOP representa entre el 40 % y el 50 % del suministro global.

45 Otro método implica la reacción de cloruro de potasio con varias sales de sulfato para formar una sal doble que se puede descomponer para producir sulfato de potasio. La materia prima común que se emplea para este propósito incluye sulfato de sodio, sulfato de magnesio u otras sales que contienen sulfato. El sulfato de sodio, ya sea en forma de mirabilita (también conocida como sal de Glauber) o salmuera de sulfato, se trata con salmuera saturada con cloruro de potasio para producir glaserita. La glaserita se separa y se trata con salmuera de cloruro de potasio fresca, descomponiéndose en sulfato de potasio y cloruro de sodio. El sulfato de magnesio (Hartsalz y/o kieserita) se puede procesar de manera similar. Las sales dobles ya pueden comprender potasio, y varios de los procesos usan Schoenita como una sal doble intermedia para obtener sulfato de potasio. Estos métodos de producción son la segunda mayor fuente de suministro mundial en un 25 % a 30 %.

55 Algunas operaciones producen sulfato de potasio a partir de mezclas de sal recolectadas de salmueras naturales. Este método requiere salmueras con altos niveles de sulfato, como las que se encuentran dentro de ciertos lagos salados. El sulfato está típicamente presente en las sales recolectadas en forma de kainita de sal doble, que se convierte en schoenita por lixiviación con salmuera de sulfato. El proceso de lixiviación se puede ver obstaculizado por el alto contenido de cloruro de sodio en las sales de cosecha y la halita se elimina primero por flotación. Después del espesamiento, la Schoenita se descompone al agregar agua caliente, después de lo cual el sulfato de magnesio entra en solución dejando cristales de sulfato de potasio.

60 El documento US-A-1268433 describe la producción de sulfato de potasio y alúmina a partir de alunita. La alunita tiene una cantidad de potasio, calculada como K_2O , de aproximadamente el 11 % en peso.

65 Taboada y col. en Ind. Eng. Chem. Res. (2005) 44: 5845-5851 describe varios métodos de recristalización de sulfato de potasio, ya sea mediante evaporación de agua o en una cristalización por ahogamiento mediante el uso de propanol.

5 El sulfato de potasio se suministra o vende como un polvo cristalino y se disolverá antes de su uso. Sin embargo, muchos de estos procesos no producen de manera consistente, o no producen en absoluto sulfato de potasio de una calidad que se pueda disolver fácilmente para que se pueda usar en equipos de pulverización u otros equipos de suministro de fertilizantes líquidos (sistemas de riego). Para su uso en equipos de pulverización u otros equipos de suministro de fertilizantes líquidos, es importante que el compuesto cristalino de sulfato de potasio se disuelva rápida y completamente.

10 El documento CN 103896683 describe un proceso para mejorar la calidad del sulfato de potasio para su uso como fertilizante líquido disuelto. Sin embargo, los ejemplos proporcionan sulfato de potasio con un contenido de potasio más abajo del 52 % (calculado como K_2O), como por ejemplo 51,3, 51,5 y 51,8. Además, el proceso requiere la adición de varios compuestos después de la cristalización.

15 K-Leaf™ es un producto de sulfato de potasio de grado foliar de Tessenderlo Group, que tiene buenas propiedades solubilizantes.

Es un objeto de la invención proporcionar un proceso para obtener sulfato de potasio de disolución rápida de alta calidad a partir de sulfato de potasio que tiene propiedades de disolución inferiores.

20 Resumen de la invención

El objeto de la invención se logra mediante un método para producir sulfato de potasio mediante (re)cristalización de sulfato de potasio bruto en donde el sulfato de potasio bruto antes de la recristalización contiene una cantidad de potasio, calculada como K_2O de 15 % en peso o superior, preferentemente 40 % en peso o superior, y tiene:

- 25 - más del 0,07 % en peso de material insoluble, y/o
- una velocidad de disolución en donde a los 3 minutos de disolución de 100 gramos de producto en 1 L de agua fría (20 °C), la cantidad de sulfato de potasio disuelto es inferior al 90 %, y/o
- un pH de 6 o superior como sulfato de potasio bruto disuelto al 1 %,

30 en donde el método comprende las siguientes etapas

- el sulfato de potasio bruto se disuelve,
- el sulfato de potasio disuelto se somete a una etapa de eliminación de material sólido,
- 35 - se cristaliza el sulfato de potasio,
- mientras que opcionalmente se proporciona un ácido antes, durante o después de la etapa de cristalización del sulfato de potasio
- después de lo cual el sulfato de potasio que se obtiene se separa y se seca
- en donde el tamaño de partícula del material cristalino se controla para que esté dentro de los intervalos proporcionados, opcionalmente con tamizaje y/o trituración, preferentemente mediante tamizaje

40 de manera que el material cristalino de sulfato de potasio resultante se ajuste a los siguientes parámetros:

- la cantidad de material insoluble es inferior al 0,05 % en peso,
- 45 - una solución al 1 % de sulfato de potasio tiene un pH más abajo de 6, y/o al menos 1 unidad de pH más bajo que el pH del sulfato de potasio bruto,
- la fracción que se obtiene tras la cristalización tiene un tamaño promedio de partícula dentro de los siguientes parámetros:
 - 50 ◦ d_{90} de 0,6 mm o menos,
 - d_{10} de 0,02 mm o superior,
 - y el polvo está presente en una cantidad de 0,4 % en peso o menos,

- donde el sulfato de potasio contiene más del 51 % de potasio, calculado como K_2O .

55 Aparte del componente ácido, preferentemente no se mezclan otros aditivos con el sulfato de potasio en cantidades sustanciales.

Se prefiere que no sea necesario añadir aditivos después de la etapa de cristalización para obtener buenas características de solubilidad.

60 Preferentemente, el tamaño de partícula del material cristalino se controla en la etapa de cristalización para que esté dentro de los intervalos proporcionados, opcionalmente con tamizaje y/o trituración, preferentemente solo mediante tamizaje. En una modalidad más preferida, no es necesario tamizar y/o triturar, y el tamaño de partícula se controla en la etapa de cristalización para que esté dentro de los intervalos proporcionados.

65 El polvo se puede medir con un aparato de uso común, tal como un medidor de polvo Heubach, y generalmente

comprende partículas de menos de 10 µm.

Preferentemente, el método de la invención consiste esencialmente en las siguientes etapas

- 5 - se disuelve el sulfato de potasio bruto,
 - el sulfato de potasio disuelto se somete a una etapa de eliminación de material sólido,
 - se cristaliza el sulfato de potasio,
 - mientras se proporciona un ácido antes, durante o después de la etapa de cristalización del sulfato de potasio
 10 - después de lo cual el sulfato de potasio que se obtiene se separa y se seca
 - en donde el tamaño de partícula del material cristalino se controla para que esté dentro de los intervalos proporcionados, opcionalmente con tamizaje y/o trituración, preferentemente solo mediante tamizaje, de manera que el material cristalino de sulfato de potasio resultante se ajuste a los parámetros descritos.

15 "Consiste esencialmente en" significa que no se requieren otras etapas del proceso para lograr las propiedades descritas, o en donde cualquier etapa adicional tendría una influencia menor en las características reivindicadas, como 20 % o menos, o 10 % o menos, y con mayor preferencia 5 % o menos con respecto al valor que se obtiene sin el aditivo. La adición de componentes o etapas que no están relacionados con la invención, como por ejemplo la adición de otro fertilizante, no se debe considerar para el que consiste esencialmente en el lenguaje.

20 En una modalidad preferida de la invención, la disolución del sulfato de potasio bruto se realiza a temperatura elevada, como por ejemplo a 50 °C o más, mientras que la cristalización se realiza a temperatura más baja, por ejemplo, a una temperatura por debajo de 50 °C.

25 En una modalidad alternativa, la disolución se puede realizar a temperatura ambiente o ligeramente elevada, como por ejemplo a 20-50 °C, y la cristalización se efectúa por evaporación, mientras que la mezcla de cristalización se encuentra aproximadamente a la misma temperatura o solo ligeramente más baja, tal como 20 °C. La evaporación generalmente se efectúa al aplicar vacío en evaporadores de efecto múltiple.

30 Estas dos modalidades se pueden usar en combinación, en donde el sulfato de potasio bruto se disuelve a temperatura elevada, mientras que la cristalización se fuerza mediante enfriamiento y evaporación del solvente.

35 El proceso de la presente invención permite una recristalización en una sola etapa sin necesidad de etapas de mezcla después de la etapa de cristalización. Además, solo se necesita ácido para mejorar el pH, lo que puede ayudar a las características de solubilidad y al rendimiento del fertilizante disuelto cuando se aplica a un cultivo agrícola.

40 La adición de ácido se puede realizar antes, durante o después de la cristalización, antes de separar los cristales. Agregar ácido en esta etapa es contradictorio, ya que aumenta la solubilidad del sulfato de potasio y, por lo tanto, se obstaculiza la cristalización.

40 Descripción detallada de la invención

45 La presente invención proporciona un método para producir sulfato de potasio por recristalización de sulfato de potasio bruto en donde el sulfato de potasio bruto contiene una cantidad de potasio, calculada como K₂O de aproximadamente 15 % en peso o más, preferentemente de 40 % en peso o más, y tiene:

- 50 - más del 0,07 % en peso de material insoluble, y/o
 - una velocidad de disolución en donde a los 3 minutos de disolución de 100 gramos de producto en 1 L de agua fría (20 °C) con agitación, la cantidad de sulfato de potasio disuelto es inferior al 90 % y/o
 - un pH de 6 o superior como sulfato de potasio bruto disuelto al 1 %.

Esta calidad de sulfato de potasio se obtiene regularmente de procesos basados en la lixiviación de salmueras, pero también se puede obtener de otros procesos.

55 El método de acuerdo con la invención es particularmente útil para sulfato de potasio bruto que tiene ambos más del 0,07 % en peso de insolubles y un tiempo de disolución de más de 3 min para el 90 % del sulfato de potasio.

60 El método de acuerdo con la invención es particularmente útil para sulfato de potasio bruto que tiene más de 0,1 % en peso de insolubles.

El método de acuerdo con la invención es particularmente útil para sulfato de potasio bruto que tiene un tiempo de disolución de más de 3 min para el 80 % del sulfato de potasio.

65 El método de acuerdo con la invención es particularmente útil para sulfato de potasio bruto que tiene un tiempo de disolución de más de 3 min para el 70 % del sulfato de potasio.

El método de acuerdo con la invención es particularmente útil para sulfato de potasio bruto que tiene un pH de 6 o superior como sulfato de potasio bruto disuelto al 1 %, tal como un pH de 7 o superior.

5 El método de acuerdo con la invención es particularmente útil para sulfato de potasio bruto que comprende varias de las características anteriores, tales como una combinación de más de 0,1 % en peso de insolubles y un pH de 7 o superior, y un tiempo de disolución de más de 3 min para 90 % del sulfato de potasio.

10 La prueba para medir la cantidad de insolubles es comparable a la prueba de disolución y comprende disolver 100 gramos del producto en un litro de agua a 20 °C, mientras se aplica agitación. La solución se filtra sobre un filtro de 2 micras y el filtro se lava. La ganancia de peso del filtro (medida después del secado) es la cantidad de insolubles.

15 El sulfato de potasio bruto contiene generalmente una cantidad de potasio, calculada como K₂O de 15 % en peso o más, preferentemente 25 % en peso o más e incluso con mayor preferencia 40 % en peso o más, y con la máxima preferencia de 45 % en peso o más. Generalmente, la cantidad de potasio calculada como K₂O será 54 % en peso o menos. Las cantidades preferidas oscilan entre 30 % en peso y 54 % en peso, preferentemente 40 % en peso y 54 % en peso y con mayor preferencia entre 45 y 54 % en peso, con la máxima preferencia 48 y 53 % en peso.

20 La cantidad de cloro en el sulfato de potasio bruto es generalmente de aproximadamente 5 % en peso o menos, con mayor preferencia 3 % en peso o menos. Particularmente preferidas son cantidades de 1 % en peso o menos, en particular para cultivos que son sensibles al cloro, tales como los frijoles, las frutas cítricas, las nueces de árbol, las fresas u otras bayas, el tabaco, los melocotones y otras frutas de hueso, las manzanas, los aguacates, las zanahorias, el mango, las cebollas y similares.

25 El método de acuerdo con la invención comprende varias etapas como se describe y preferentemente consiste esencialmente en los pasos descritos.

Primero, se disuelve el sulfato de potasio bruto.

30 En una modalidad de la invención, la disolución se efectúa a temperatura elevada. Esta temperatura generalmente será de 50 °C o más de 60 °C o más, preferentemente de 70 °C o más. Generalmente, se usa agua como solvente, y la temperatura será 100 °C o menor, preferentemente 95 °C o menor, como por ejemplo 95 °C o 90 °C. Una temperatura adecuada incluye 80 °C, 85 °C y similares. El solvente generalmente comprende corrientes de proceso recirculadas y, en particular, comprende al menos el licor madre de la cristalización.

35 En una modalidad alternativa, el sulfato de potasio bruto se disuelve aproximadamente a la temperatura ambiente o ligeramente superior, como por ejemplo a 20-50 °C o 20-40 °C.

40 A continuación, el sulfato de potasio disuelto se somete a una etapa de eliminación de material sólido. La eliminación de material sólido se puede realizar de varias formas, como por ejemplo mediante filtración o centrifugación.

Un método de filtración no está particularmente limitado. La filtración se puede realizar, por ejemplo, sobre filtros de placa, como filtros de vidrio o similares, que tienen un corte de filtro de entre 2-20 µm, por ejemplo, de 3-12 µm. La filtración también se puede realizar a presión y/o con filtración de flujo cruzado.

45 La centrifugación se puede realizar, por ejemplo, entre 1000 a 5000 G, preferentemente 1700 a 4000 G, como por ejemplo 2000 G o 3000 G.

50 Preferentemente, se proporciona un ácido antes, durante o después de la etapa de cristalización del sulfato de potasio (pero antes de la etapa de separación). No siempre es necesario un ácido, ya que la mejora de la presente invención se puede obtener sin la adición de un ácido. Sin embargo, preferentemente, el sulfato de potasio de la invención tiene un pH por debajo de 6, e incluso con mayor preferencia de 5 o menos.

55 El ácido se añade preferentemente durante la etapa de disolución, por tanto antes de la etapa de cristalización. Dicho ácido puede ser ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido bifosfórico de potasio, bisulfato de potasio, ácido cítrico, ácido fúlvico y similares. Los ácidos preferidos son ácido sulfúrico, ácido nítrico o bisulfato de potasio.

60 La cantidad de ácido preferentemente es tal que se proporciona un pH de 6 y/o que el pH se reduce en al menos una unidad de pH. Por tanto, el sulfato de potasio bruto puede tener un pH de 9. En tal caso, se proporciona una mejora si el sulfato de potasio que se obtiene después de la recristalización tiene un pH de 8 o inferior.

Con mayor preferencia, se proporciona una cantidad de ácido para lograr un pH de 7 o menor, e incluso con mayor preferencia de aproximadamente 6 o menor.

65 Sorprendentemente, la presencia de un ácido aumenta la solubilidad del sulfato de potasio, mejora la eficiencia en su uso como pulverización foliar o en fertirrigación, y mejora la limpieza de los equipos de pulverización o goteo, burbujeo o microfertirrigación. Con el fin de mantener una alta cantidad de potasio, se prefiere mantener la cantidad

de aditivo tan baja como sea posible y, en la medida en que se vaya a usar un ion metálico, se usará preferentemente una sal de potasio.

Una persona experta puede determinar fácilmente la cantidad de ácido necesaria para alcanzar el pH requerido.

El sulfato de potasio se cristaliza a una temperatura más baja, tal como una temperatura más abajo de 50 °C, preferentemente más abajo de 30 °C y con mayor preferencia a 25 °C o menos.

En una modalidad de la invención, la principal fuerza impulsora de la cristalización es la disminución de la temperatura.

En una modalidad alternativa, la principal fuerza impulsora de la cristalización es la evaporación del agua.

Obviamente, la reducción de la temperatura y la evaporación se pueden combinar para aumentar la eficiencia de la cristalización.

En la primera modalidad, la diferencia de temperatura entre la temperatura alta y baja es preferentemente de 45 °C o más, con mayor preferencia de 55 °C o más. Generalmente, la diferencia de temperatura será 100 °C o menos, preferentemente 80 °C o menos, como por ejemplo 60 °C. Una diferencia de temperatura mayor aumenta la cantidad relativa de sulfato de potasio cristalizado, pero aumenta el requerimiento de energía para calentar y enfriar las mezclas. Una persona experta podrá optimizar las condiciones del proceso.

El tiempo requerido para el proceso de enfriamiento es preferentemente de 2 horas o menos, y con mayor preferencia de aproximadamente 1 hora o menos en los procesos por lotes. Se prefiere un tiempo relativamente corto, en particular para obtener cristales relativamente pequeños. Los cristales más pequeños dan como resultado sulfato de potasio soluble más rápido.

Alternativamente, o además, se pueden usar cristales semilla para iniciar la cristalización.

El tiempo de residencia en un proceso continuo puede ser determinado por un experto promedio mediante experimentación.

La cristalización se puede realizar en un tanque, pero también en un tambor rotatorio enfriado. Los tanques adecuados incluyen cristalizadores deflectores de tubo de aspiración para permitir la cristalización continua con una distribución de tamaño de partícula relativamente estrecha. El cristizador puede incluir unidades de evaporación de efecto múltiple.

Al disolver el sulfato de potasio bruto de baja calidad y eliminar el material insoluble, se logra uno de los requisitos de tener bajas cantidades de componentes insolubles.

La cristalización con la adición preferida del componente ácido se debe realizar de manera que se obtengan las siguientes propiedades: (i) una solución al 1 % de sulfato de potasio tiene un pH más abajo de 7, preferentemente más abajo de 6, y con mayor preferencia más abajo de 5, y (ii) la fracción que se obtiene tras la cristalización tiene un tamaño promedio de partícula dentro de los siguientes parámetros: (a) d90 de 0,6 mm o menos, preferentemente 0,5 mm o menos, (b) d10 de 0,02 mm o más, y (c) por lo que el polvo está presente en una cantidad de menos del 0,4 % en peso, preferentemente menos del 0,2 % en peso.

Si el proceso se realiza de manera adecuada, el experto en la materia puede obtener sulfato de potasio que contiene más del 51 % de potasio, calculado como K₂O. Preferentemente, la cantidad de sulfato de potasio es de 51,2 % o más, con mayor preferencia 52 % o más.

Aparte del componente ácido, preferentemente no se mezclan otros aditivos con el sulfato de potasio en cantidades sustanciales para influir en los parámetros relevantes, y preferentemente ninguno en absoluto. Cantidades no sustanciales son cantidades que no alteran las principales propiedades del sulfato de potasio que se describen en las reivindicaciones.

Preferentemente, el tamaño de partícula del material cristalino se controla para que esté dentro de los intervalos proporcionados por la etapa de cristalización, opcionalmente con tamizaje y/o trituración, preferentemente solo mediante tamizaje.

Con mayor preferencia, los únicos pasos necesarios para obtener la mayor parte del sulfato de potasio con el tamaño de partícula requerido por las reivindicaciones es mediante el uso de la etapa de cristalización. Se puede emplear una etapa de tamizaje, pero preferentemente solo para eliminar una fracción relativamente pequeña de material cristalino de gran tamaño.

La cristalización se realiza de tal manera que generalmente se obtiene un 5 % en peso o menos como material

sobredimensionado, con mayor preferencia un 2 % en peso o menos. El material sobredimensionado se puede volver a disolver en la etapa de calentamiento o se puede triturar en partículas más pequeñas.

5 Preferentemente, no se usa ninguna etapa de trituración, ya que la trituración es costosa y produce muchos finos (polvo), que pueden deteriorar las propiedades del polvo.

10 Alternativamente, el material cristalino puede contener una amplia gama de tamaños de cristales, y el producto se tamiza y se tritura. Sin embargo, la trituración es menos preferida, ya que se producen cantidades relativamente grandes de partículas de polvo, que preferentemente se eliminan de la corriente de producto, y se recirculan.

15 El proceso de la presente invención permite una recristalización en una sola etapa sin necesidad de etapas de mezcla después de la etapa de cristalización.

20 Como se explicó, el ácido se proporciona para mejorar la disolución y optimizar la eficacia de la pulverización foliar o la fertirrigación.

25 En el método general de la invención, la fracción que se obtiene tras la cristalización tiene un tamaño promedio de partícula dentro de los siguientes parámetros: d90 de 0,6 mm o menor, preferentemente de 0,5 mm o menor, con un d10 de 0,02 mm o superior, mientras que las partículas menores de 10 µm suponen menos del 0,4 % en peso, preferentemente menos del 0,2 % en peso.

30 En una modalidad preferida adicional, el d90 es de 0,45 mm o menos, e incluso con la máxima preferencia de 0,35 mm o menos.

35 Después de la cristalización, el material cristalino que se obtiene se separa de el agua madre, opcionalmente se lava y se seca. A continuación, se puede realizar un tamizaje u opcionalmente una etapa de trituración y tamizaje.

Preferentemente, las partículas de 1 mm o más grandes se eliminan, por ejemplo, mediante tamizaje.

40 El ángulo de reposo del sulfato de potasio generalmente estará entre 42-33 grados. En una modalidad preferida, el ángulo de reposo será de 40 grados.

45 Las aguas madres se reciclan al tanque de disolución. En el tanque de disolución, se agrega agua adicional y sulfato de potasio bruto. En un proceso de disolución a alta temperatura, a baja temperatura, la concentración de sulfato de potasio que sale del tanque de disolución en un proceso continuo puede ser, por ejemplo, 190-240 g/L de sulfato de potasio, mientras que las aguas madres pueden contener, por ejemplo, 100-130 g/L de sulfato de potasio.

50 En una modalidad preferida específica, se proporciona polvo de sulfato de potasio en donde aproximadamente el 80 % en peso o más del polvo tiene un tamaño de partícula de 0,2 mm o menos, preferentemente de 0,13 mm o menos.

El tamaño de partícula preferentemente es tal que el 80 % en peso o más es de 0,02 mm o más, con mayor preferencia de 0,04 mm o más.

55 Este polvo tiene preferentemente una densidad aparente (suelto) de 1,10 y golpeado (aterrajado) de 1,44. Se prefiere esta modalidad porque el polvo de sulfato de potasio en donde el 80 % en peso o más del polvo tiene un tamaño de partícula de 0,2 mm o menos se disuelve fácilmente en agua, más en particular, 40 gramos de dicho polvo de sulfato de potasio se disuelven en 1 litro de agua sin agitar dentro de 1 minuto, preferentemente dentro de 30 segundos.

60 Con mayor preferencia, el polvo de sulfato de potasio de acuerdo con la invención es un polvo en donde el 95 % en peso o más, incluso más preferido; el 98 % o más del polvo tiene un tamaño de partícula de 0,2 mm o menos, preferentemente de 0,13 mm o menos.

65 El polvo de sulfato de potasio de acuerdo con la invención es preferentemente un polvo en donde aproximadamente el 90 % en peso o más del polvo tiene un tamaño de partícula de 0,02 mm o más, preferentemente de 0,04 mm o más.

Preferentemente, el 10 % en peso o menos, con mayor preferencia el 5 % en peso o menos del sulfato de potasio es menos de 0,045 mm.

Preferentemente, el 15 % en peso o menos, y con mayor preferencia el 10 % en peso o menos, e incluso con mayor preferencia el 5 % en peso o menos del polvo es mayor de 0,125 mm.

70 Generalmente, el polvo de sulfato de potasio de la invención tiene una densidad aparente (suelto) de 1,10 a 1,25, y golpeado (aterrajado) de 1,43-1,48.

Generalmente, el ángulo de reposo del sulfato de potasio de la invención es de 34 a 43 grados.

El polvo preferido tiene más del 90 % en peso del polvo (d10) de un tamaño de 0,025 mm o superior. Esto es muy ventajoso para evitar la formación de polvo y apelmazamiento.

El sulfato de potasio que se obtiene con el método de acuerdo la invención tiene buenas propiedades de solubilidad, lo que significa que en un ensayo en donde se disuelven 100 gramos de sulfato de potasio en 1 L de agua (a 20 °C), más del 70 % se disuelve en 3 minutos. Preferentemente, se disuelve más del 80 %, e incluso con mayor preferencia, se disuelve más del 85 % y con la máxima preferencia, se disuelve el 90 % o más.

En una modalidad preferida adicional, más del 70 % se disuelve en un minuto, preferentemente más del 80 % se disuelve en 1 minuto y con la máxima preferencia, más del 85 % se disuelve en un minuto.

Se prefiere particularmente, que el pH de la solución de una solución al 1 % en peso sea 6 o menos, preferentemente 5 o menos, y con la mayor preferencia 4,5 o menos. Generalmente, el pH será 2 o superior, preferentemente 2,5 o superior. Una solución ligeramente ácida es una ventaja, porque la velocidad de disolución puede aumentar en comparación con un sulfato de potasio que se disuelve con un pH de 6 o más, y la cantidad total de sulfato de potasio soluble aumenta, lo que permite pulverizar o fertirrigar una solución de mayor concentración. Además, la solución ligeramente ácida evita el bloqueo en el equipo, e incluso tiene un efecto de limpieza en el equipo.

El sulfato de potasio que se obtiene con el proceso de la presente invención puede tener una cantidad promedio de potasio, que se calcula como K_2O , de 51 % en peso o más, preferentemente de 51,2 % en peso o más, e incluso más preferentemente de 52 % en peso o más. Generalmente, la cantidad de potasio calculada como K_2O será 55 % en peso o menos, preferentemente 54 % en peso o menos.

El sulfato de potasio que se obtiene con el proceso de la presente invención puede tener una cantidad de azufre, que se calcula como SO_4 , de 54 % en peso o más, preferentemente de 55 % en peso o más. Generalmente, la cantidad de azufre calculada como SO_4 será del 60 % en peso o menos, preferentemente del 58 % en peso o menos.

La cantidad de cloruro en el sulfato de potasio de la presente invención generalmente puede ser del 3 % en peso o menos, preferentemente del 1 % en peso o menos, y con mayor preferencia de aproximadamente el 0,5 % en peso o menos. Cantidades más altas de cloruro pueden causar quemaduras en las hojas, lo cual se debe evitar.

El polvo de sulfato de potasio de acuerdo con la presente invención preferentemente se ajusta a las características anteriores en combinación, y un experto en la técnica se dará cuenta de que las selecciones de los valores más altos y más bajos se pueden combinar, y que estos se pueden combinar con otras características como se describe en esta solicitud de patente.

La invención además proporciona un método de cultivo, que comprende la aplicación de un polvo de sulfato de potasio como se describe anteriormente, en donde el 90% en peso o más del polvo tiene un tamaño de partícula de 0,6 mm o menos, y en donde el 10 % en peso o menos tiene un tamaño de partícula de 0,02 mm o superior, y en donde el polvo se disuelve en agua, a los cultivos.

Además, la invención proporciona un método para mejorar el rendimiento de la cosecha, en donde el polvo de sulfato de potasio como se describe anteriormente se disuelve en agua, en donde el 90 % en peso o más del polvo de sulfato de potasio tiene un tamaño de partícula de 0,6 mm o menos, y en donde el d10 es de 0,02 mm o superior, tras lo cual se aplica la solución a dicho cultivo.

En modalidades preferidas, estos métodos usan productos de sulfato de potasio preferidos como se describe.

En una modalidad preferida de la invención, se prepara una solución de pulverización al llenar los tanques principales de un aparato de pulverización al 50-80 % con agua, al agregar el sulfato de potasio de acuerdo con la invención, y al agregar más agua para llenar el tanque al 100 % de la cantidad requerida.

En caso de que el fertilizante se use como pulverización foliar o en equipo de fertirrigación, generalmente se aplicará como una solución de sulfato de potasio al 0,4-11 % en peso (que es de 4 a 110 g/L), aunque otras cantidades son factibles. Por ejemplo, las cantidades preferidas incluyen el 1 %, 2 %, 3 %, 4 %, 5 % o 6 % en peso.

Con la pulverización foliar, la cantidad de agua por hectárea es generalmente 300 L/ha (es decir, 32 gal/acre). En caso de que se vayan a aplicar cantidades menores de agua, como por ejemplo 100 L/ha o 200 L/ha, las concentraciones pueden ser mayores. Cantidades de alta concentración adecuadas incluyen, por ejemplo, hasta el 6 %, 8 % o 10 %, o incluso 11 %, aunque se prefieren cantidades inferiores al 8 %. Para la fertirrigación, el suministro regular de agua se combina con el suministro de sulfato de potasio disuelto. La concentración de sulfato de potasio generalmente está entre 10-400 mg/litro, como por ejemplo 40, 80 o 200 mg/litro. La solución se

5 suministra regularmente al cultivo, con tasas de aplicación diarias de 1-10 kg/hectárea, como por ejemplo 1,5, 2, 2,5 4 o 6 kg/hectárea, en dependencia del cultivo y el estadio de crecimiento. Generalmente, la solución de suministro diario se elabora a partir de una solución madre, que está muy concentrada, como por ejemplo, 10 kg por 100 litros de agua.

La solubilidad del sulfato de potasio en agua a 20 °C es de 130 gr/L, en dependencia del pH de la solución. Preferentemente, la cantidad que se usa es de 120 g/L o menos. Parece que el sulfato de potasio de acuerdo con la invención se disuelve rápidamente, incluso si se usan concentraciones cercanas a la solubilidad máxima.

10 Con la fertirrigación, un cultivador puede optar por tener fertilizante en su agua de fertirrigación en una base más o menos continua a una concentración relativamente baja, o no continua, de manera que se prefieran concentraciones más altas.

15 El sulfato de potasio de acuerdo con la invención se puede aplicar en una cantidad de aproximadamente 0,8 kg o más por acre por aplicación (es decir, aproximadamente 2 kg o más por hectárea por aplicación).

20 En una modalidad preferida, la cantidad que se aplica por acre es aproximadamente 1,2 kg por acre, preferentemente 2 kg/acre, o más por aplicación (es decir, aproximadamente 3 resp. 5 kg o más por hectárea por aplicación).

El sulfato de potasio de acuerdo con la invención se puede aplicar en una cantidad de aproximadamente 10 kg o menos por acre por aplicación (es decir, aproximadamente 25 kg o menos por hectárea por aplicación).

25 En una modalidad preferida, la cantidad aplicada por acre es de aproximadamente 8 kg por acre o menos por aplicación (es decir, aproximadamente 20 kg o menos por hectárea por aplicación).

30 Las cantidades óptimas del sulfato de potasio de acuerdo con la invención dependerán del cultivo específico, e incluirán una aplicación foliar de aproximadamente 5, aproximadamente 8, aproximadamente 10, aproximadamente 12, aproximadamente 15, aproximadamente 18 o aproximadamente 20 kg/ha/aplicación.

35 El sulfato de potasio se disolverá en agua en cantidades adecuadas para alcanzar las cantidades por acre descritas anteriormente. La concentración real dependerá de la cantidad de líquido que aplicará el agricultor a sus cultivos. Cantidades adecuadas de agua por acre en cultivos incluyen entre aproximadamente 10 y aproximadamente 40 gal/acre (aproximadamente 40-160 L/acre, que es aproximadamente 100 a 400 L/ha). Para aplicar cantidades adecuadas de sulfato de potasio de acuerdo con la presente invención, la concentración preferentemente está entre aproximadamente el 1 % en peso y aproximadamente el 10 % en peso.

40 Para fertirrigación, las cantidades por hectárea por día generalmente varían entre 1-10 kg/hectárea, como por ejemplo 1,5, 2, 2,5 4 o 6 kg/hectárea, en dependencia del cultivo y el estadio de crecimiento. Generalmente, la solución de suministro diario se elabora a partir de una solución madre, que está muy concentrada, como por ejemplo, 10 kg por 100 litros de agua. A continuación, la solución concentrada se añade al agua para fertirrigación en, por ejemplo, 0,5, 0,8 o 1% en peso.

45 La fuente de agua no está limitada y puede ser agua de pozo, agua de río, agua de lluvia, agua del grifo o similar. Preferentemente, el agua a usar no debe tener una alta concentración de calcio, ya que puede precipitar sulfato de calcio (yeso). La cantidad permitida de calcio dependerá de la concentración de sulfato de potasio que se pretenda en la pulverización foliar o en el fertilizante disuelto para fertirrigación.

50 Si se usa como aplicación foliar, el sulfato de potasio de acuerdo con la presente invención se puede aplicar una, dos, tres, cuatro veces o más a menudo durante el crecimiento del cultivo. Generalmente, una, dos o tres aplicaciones serán adecuadas para mejorar claramente el rendimiento por acre. Si se usa en fertirrigación, la aplicación puede ser más regular.

55 En una modalidad preferida, la aplicación del sulfato de potasio como aplicación foliar de acuerdo con la presente invención se combina con la aplicación de un regulador del crecimiento o pesticida tal como un insecticida o fungicida. El regulador de crecimiento o pesticida se puede probar de antemano para verificar la compatibilidad con la solución de sulfato de potasio. En particular, dicho compuesto adicional no debería comprender calcio.

60 En una modalidad preferida, la aplicación del sulfato de potasio en fertirrigación de acuerdo con la presente invención se combina con la aplicación de otros fertilizantes y productos. Estos productos se pueden probar de antemano, para comprobar la compatibilidad con la solución de sulfato de potasio. En particular, dicho compuesto adicional no debería comprender calcio.

65 En una modalidad preferida, el sulfato de potasio se aplica como aplicación foliar en períodos adecuados durante el crecimiento del cultivo. Preferentemente, dicho período adecuado es alrededor del comienzo de la floración, comienzo de la formación del cultivo tubular, durante períodos de crecimiento extensos, como después de formar

4 hojas en el maíz, y similares.

El sulfato de potasio se puede aplicar como pulverización foliar en cultivos tradicionales y en cultivos de gran extensión.

5 Los cultivos para fertirrigación incluyen cultivos tradicionales como las frutas, como la fresa, los cítricos y las frutas de hueso o manzanas, las verduras como los frijoles, las cucurbitáceas, los tomates, el té, el café, el tabaco y similares.

10 Los cultivos tradicionales incluyen frutas, como el melocotón, la ciruela u otra fruta de hueso, los cítricos, las manzanas, las peras, las uvas, la piña, las fresas, las frambuesas u otras bayas, y otros cultivos como las aceitunas, las zanahorias, las cebollas, la lechuga, los guisantes, los pimientos, el repollo, el pepino, el brócoli, la coliflor, los espárragos y similares.

15 Los cultivos de acres extensos incluyen cultivos de tubérculos o raíces como las papas y la remolacha azucarera; cultivos de cereales como el maíz, el arroz, el trigo, la cebada, los cereales y similares; o cultivos oleaginosos, como la soja, el girasol, la colza o el maní, u otros cultivos como el trébol, la mostaza o el algodón y similares.

20 En una forma de modalidad preferida de la invención, el sulfato de potasio de acuerdo con la invención se aplica sobre patatas o remolacha azucarera.

En otra modalidad preferida de la invención, el sulfato de potasio de acuerdo con la invención se aplica sobre el maíz, el trigo, el arroz o la cebada.

25 En otra modalidad preferida de la invención, el sulfato de potasio de acuerdo con la invención se aplica sobre la soja, el girasol, la colza o el cacahuete.

En otra forma de modalidad preferida de la invención, el sulfato de potasio de acuerdo con la invención se aplica sobre el trébol, la mostaza o el algodón.

30 En otra modalidad, el sulfato de potasio de la presente invención se aplica a vegetales, tales como las habas o los tomates.

En otra forma de modalidad de la invención, el sulfato de potasio de acuerdo con la invención se aplica al tabaco.

35 En otra modalidad, el sulfato de potasio de la presente invención se aplica a cultivos de frutas tales como el aguacate, el plátano, los cítricos, la uva, la piña, las frutas de pepita o frutas de hueso, la fresa y similares.

40 En otra modalidad, el sulfato de potasio de la presente invención se aplica a vegetales como las aceitunas, las zanahorias, las cebollas, la lechuga, los guisantes, los pimientos, el repollo, el pepino, el brócoli, la coliflor, los espárragos y similares

45 En caso de que el sulfato de potasio se aplique más de una vez como aplicación foliar, una aplicación adicional es preferentemente entre aproximadamente 7 días y aproximadamente 20 días desde la aplicación anterior, pero también puede ser hasta aproximadamente 30 días después de la aplicación de la aplicación anterior o incluso más extenso. Si se usa en fertirrigación, la aplicación puede ser más regular.

50 Se pueden realizar modificaciones adicionales además de las descritas anteriormente en las estructuras y técnicas descritas en la presente descripción sin que se aparte del espíritu y alcance de la invención. Por consiguiente, aunque se han descrito modalidades específicas, estos son solo ejemplos y no limitan el alcance de la invención.

Ejemplos

Métodos de medición

55 Velocidad de disolución: se disuelven 100 g de sulfato de potasio en 1000 ml de agua en un vaso de precipitado (18 cm de altura, 9 cm de diámetro) mientras se agita a 250 rpm con un agitador mecánico (5 cm de diámetro) a 2 cm de la parte inferior. La disolución se registra según la medición de la conductividad cada 30 segundos hasta que se alcanza una meseta. La conductividad se puede medir con un Cond 340i de WTW con un electrodo Tetracon 325 (electrodos de 1 cm² a 1 cm de distancia), colocado a aproximadamente 600 ml de altura del contenido de 1L; el electrodo se debe calibrar. 100 g de sulfato de potasio ultrapuro completamente disuelto tiene una conductividad de 81 S/cm ($\Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$). En el cálculo, además, las correcciones deben tener en cuenta una disminución de la temperatura de algunos grados Celsius y la ionización no lineal. Estos factores de corrección estándar se proporcionan en el software que pertenece, por ejemplo, al Cond 340i.

65 El pH se mide con un electrodo de pH estándar.

Los insolubles se miden mediante la preparación de una solución al 10 % (100 g de sulfato de potasio en 1000 ml de agua) a 20 °C con agitación hasta que se disuelve todo el sulfato de potasio. La solución se filtra sobre un filtro GF92 y el filtro se lava una vez con un poco de agua desmineralizada. El filtro se seca en un horno hasta un peso constante, y la diferencia de peso del filtro antes y después de la filtración es la medida de la cantidad de insoluble. El tamaño de poro de un filtro GF92 está entre 1 y 3 µm, con un promedio de 2,5 µm.

La medición del polvo se realiza con un medidor de polvo Heubach. Se lleva una muestra a un tambor giratorio. Una bomba de vacío crea un flujo de aire a través del tambor giratorio, el cilindro de vidrio conectado y la unidad de filtro adjunta. Mediante el flujo de aire, las partículas de polvo se transportan fuera del tambor giratorio a través del cilindro de vidrio y, posteriormente, a través de la unidad de filtrado. Las partículas gruesas no flotantes se separan y recogen en el cilindro de vidrio mientras que las partículas flotantes se depositan en un filtro. La cantidad de polvo flotante que se recoge en el filtro se determina gravimétricamente y se considera polvo.

La distribución del tamaño de partícula se mide con un análisis de tamiz, y los valores son las cantidades en peso, lo que significa que, por ejemplo, para el d10, el 10 % en peso del producto tiene un tamaño más pequeño que el d10 medido, y el 90 % en peso tiene un tamaño mayor que ese d10. Los valores se dan en mm.

Experimentos de referencia A-C

El experimento de referencia A es un sulfato de potasio (SOP) sin tratar con características de solubilidad relativamente pobres. Como está claro en las tablas 1 y 2, el tiempo para solubilizar el 70 % de 100 gramos de SOP en 1 L de agua lleva más de 3 min, mientras que la cantidad de material insoluble es superior al 0,1 % en peso. Es posible aumentar la solubilidad al tamizar el material y al eliminar las partículas más grandes. En el experimento de referencia 2, el SOP del experimento de referencia A se tamiza sobre un tamiz de 425 µm, con lo que se obtiene el 84 % de la cantidad original. La solubilidad aumenta, pero al mismo tiempo también aumenta la cantidad de material insoluble. Este efecto es más pronunciado en caso de que el producto del experimento de referencia A se tamice sobre un tamiz de 125 µm. Un producto de este tipo que tiene partículas pequeñas, si se asume que no hay polvo, se disuelve rápidamente, pero la cantidad de material insoluble aumenta al 0,3 % en peso (experimento de referencia C).

Experimentos de referencia D-E

En estos experimentos, se disolvieron 2 litros de agua y 420 g de SOP del experimento de referencia A a una temperatura de 80 °C. La solución se filtró sobre un filtro MN640 (4-12 µm). El filtrado se enfrió mediante enfriamiento externo, a aproximadamente 25 °C, y el material cristalino que se obtiene se filtró sobre un filtro MN640 y se secó. La cantidad que se obtiene fue de 155,5 g (experimento de referencia D).

Todas las filtraciones en proceso que se describen a continuación se han realizado con el filtro MN640.

El filtrado que se obtiene después de la primera cristalización (aproximadamente 1,8 L) se calentó de nuevo a 80 °C mientras se disolvían 155 gramos más de SOP del ejemplo de referencia A. Después de la filtración a 80 °C, se dejó enfriar el filtrado mediante enfriamiento externo a aproximadamente 25 °C y el material cristalino que se obtiene se filtró y se secó. El material que se obtiene asciende a 165,6 g (Experimento de referencia E).

Ejemplo 1

El filtrado del experimento de referencia D (aproximadamente 1,6 L) se mezcló con 200 g de HNO₃ concentrado y otros 400 g de sulfato de potasio del experimento de referencia A se disolvió a 80 °C. Esta solución se filtró a esta temperatura y, posteriormente, se dejó enfriar la solución mediante enfriamiento externo a aproximadamente 25 °C. El material cristalino que se obtiene se filtró y se secó, y se obtuvieron 159,5 g de producto (Ejemplo 1).

Ejemplos 2-4

Se mezclaron 1600 ml de agua desmineralizada con 200 g de HNO₃ concentrado con 550 g de sulfato de potasio del experimento de referencia A y la mezcla se calentó hasta 80 °C para disolver el sulfato de potasio. La solución se filtró mientras estaba a 80 °C, y el filtrado se enfrió rápidamente con enfriamiento externo con agua/hielo a una temperatura de 15 °C. El material cristalino que se obtiene se filtró y se secó y se obtuvieron 113,8 g de producto seco (Ejemplo 2).

El filtrado que se obtiene en el Ejemplo 2 se calentó de nuevo a 80 °C y se disolvieron 200 g más de sulfato de potasio del experimento de referencia A. Se observa que no se disolvió todo el material. La solución caliente se filtró y el filtrado se enfrió rápidamente, como en el ejemplo 2 a 15 °C. El material cristalino que se obtiene se filtró y se secó. La cantidad de producto después del secado fue de 190,1 g (Ejemplo 3).

A continuación, el filtrado se calentó a 80 °C y se disolvieron 150 g más de sulfato de potasio del experimento de referencia A. La solución se filtró cuando estaba caliente y el filtrado se enfrió con enfriamiento externo a 20 °C. El

material cristalino se filtró y se secó, lo que dio 152,1 g de material (Ejemplo 4).

Experimento de referencia F y ejemplo 5.

5 Una mezcla de 1800 ml de agua y 420 g de sulfato de potasio del experimento de referencia A se calentó hasta aproximadamente 80 °C y la solución se filtró cuando estaba caliente. El filtrado se enfrió con enfriamiento externo a aproximadamente 25 °C en aproximadamente 30 minutos. El material cristalino se secó y ascendió a 153,1 g (experimento de referencia F).

10 El filtrado del experimento de referencia F se mezcló con 100 g de H₃PO₄ (85 %) y con 250 g de sulfato de potasio del experimento de referencia A, y la mezcla se calentó hasta 80 °C. La solución caliente se filtró y, a continuación, se enfrió a aproximadamente 25 °C (en aproximadamente 30 minutos, enfriamiento externo con agua a aproximadamente 15 °C). Se obtuvo un sólido cristalino (después de secar, 168,1 g; Ejemplo 5).

15 Ejemplos 6 y 7

Una mezcla de 1800 ml de agua con 200 g de H₂SO₄ (98,8 %) y 700 g de sulfato de potasio del experimento de referencia A se calentó hasta 80 °C. La mayor parte del sulfato de potasio, pero no todo, se disolvió. La solución se filtró cuando estaba caliente y el filtrado se enfrió a aproximadamente 25 °C (en 120 minutos mediante enfriamiento externo). El material cristalino sólido que se obtiene pesó 228,1 g (Ejemplo 6).

El filtrado se calentó de nuevo a 80 °C y se disolvieron 200 g más de sulfato de potasio del experimento de referencia 1. La solución se filtró cuando estaba caliente y la solución se enfrió con enfriamiento externo a aproximadamente 25 °C (en 30 minutos). Se obtuvo una cantidad de 190,4 g de material cristalino

25 (Ejemplo 7)

Experimentos de referencia G H e I

30 Un buen grado de sulfato de potasio de Tessenderlo Chemie se usó como material de referencia como tal (Solupotasse®) (experimento de referencia G)

Una mezcla de 1800 ml de agua y 420 g de sulfato de potasio del experimento de referencia G se calentó a 80 °C y la solución se filtró cuando estaba caliente. El filtrado se enfrió con enfriamiento externo a aproximadamente 25 °C (en 30 minutos). Se obtuvo una cantidad de 151,3 g de producto seco cristalino (experimento de referencia H), y 2025 g de filtrado.

El filtrado con 35 g de agua y 160 g de sulfato de potasio se calentó a 80 °C y cuando se completó la disolución, la solución se filtró en caliente. El filtrado se enfrió con enfriamiento externo hasta aproximadamente 25 °C (en 30 minutos). Se obtuvo una cantidad de 154,9 g (después del secado) (experimento de referencia I).

Conclusiones

45 A partir de los experimentos de referencia G-I, parece que la recristalización de un buen SOP soluble en realidad deteriora las características de solubilidad, probablemente porque se elimina el ácido y/o las características del polvo son menos óptimas después de la recristalización. Además, parece que con la recristalización y la filtración se pueden mejorar las características de solubilidad, al suponer que se obtenga el tamaño de cristal adecuado. Sin embargo, el pH sigue siendo menos preferido. Con los ejemplos de acuerdo con la presente invención, todas las características requeridas se pueden lograr con una recristalización.

50 Los resultados se dan en las siguientes tablas 1 y 2. En la Tabla 1, se da la cantidad de potasio en el producto, que se expresa como % de K₂O, el pH de una solución al 1 % y la distribución del tamaño de partícula. En la Tabla 2, la velocidad de disolución, medida mediante disolución de 100 gramos de producto en un litro de agua; la cantidad de material disuelto se midió después de 1 minuto y después de 3, 5 y 10 minutos como se describió anteriormente.

55 Además, se midió la cantidad de material insoluble (después de disolver 100 g en 1 litro de agua a 20 °C).

Tabla 1

número de experimento	% de K2O	pH 1 %	d10	d50	d90
ref exp A	53,2	5,1	0,092	0,26	0,656
ref exp B	Ídem	Ídem	n.d.	n.d.	n.d.
ref exp C	Ídem	Ídem	n.d.	n.d.	n.d.
ref exp D	Ídem	5,0	0,077	0,23	0,403
ref exp E	Ídem	4,9	0,07	0,174	0,341
Ejemplo 1	Ídem	3,7	0,06	0,147	0,28
Ejemplo 2	Ídem	3,9	0,055	0,11	0,168
Ejemplo 3	Ídem	3,2	0,124	0,273	0,525
Ejemplo 4	53,62	3,65	0,045	0,108	0,188
ref exp F	53,91	5,3	0,051	0,14	0,23
Ejemplo 5	53,82	3,9	0,048	0,146	0,25
Ejemplo 6	53,35	3,4	0,11	0,23	0,405
Ejemplo 7	Ídem	3,5	0,098	0,225	0,395
ref exp G	51,7	2,7	0,072	0,15	0,38
ref exp H	n.d.	4,3	0,061	0,155	0,46
ref exp I	n.d.	4,4	0,14	0,332	0,543

Tabla 2

número de experimento	1'	3'	5'	10'	% insol.	% polvo
ref exp A	51	65,6	75,1	87,2	0,13	0,452
ref exp B	59,6	77,2	87,2	96,9	0,16	Ídem
ref exp C	94,4	99,7	99,8	100	0,33	Ídem
ref exp D	59,1	87,3	95,8	99,4	0,0023	n.d.
ref exp E	87,6	97,8	99,1	99,7	0,0079	n.d.
Ejemplo 1	74,1	94,3	97,5	99,4	0,0225	n.d.
Ejemplo 2	87,3	96,6	98	99,1	0,0065	n.d.
Ejemplo 3	65,9	92,0	97,6	99,7	0,0007	n.d.
Ejemplo 4	81,4	95,4	98,3	99,8	0,02	n.d.
ref exp F	84,3	98,5	99,5	99,8	0,004	0,114
Ejemplo 5	86,3	98,8	99,7	99,9	0,0076	0,118
Ejemplo 6	59,2	87,4	94,4	98,6	0,012	0,087
Ejemplo 7	60,9	87,5	95,1	98,9	0,0092	0,065
ref exp G	80,7	92,7	95,9	99,7	0,034	0,0322
ref exp H	63,4	81,3	87,5	93,8	0,0015	0,076
ref exp I	33,8	60,6	75	89,9	0,014	0,053

REIVINDICACIONES

1. Método para producir sulfato de potasio mediante (re)cristalización de sulfato de potasio bruto en donde el sulfato de potasio bruto contiene una cantidad de potasio, que se calcula como K_2O de 15 % en peso o más, preferentemente 40 % en peso o más, y tiene:
- más del 0,07 % en peso de material insoluble, y/o
 - una velocidad de disolución en donde a los 3 minutos de disolución de 100 gramos de producto en 1 L de agua a 20 °C con agitación, la cantidad de sulfato de potasio disuelto es inferior al 90 %, y/o
 - en donde un 1 % de sulfato de potasio bruto disuelto tiene un pH de 6 o más
- en donde el método comprende las siguientes etapas
- se disuelve el sulfato de potasio bruto,
 - el sulfato de potasio disuelto se somete a una etapa de eliminación de material sólido,
 - se cristaliza el sulfato de potasio,
 - mientras que opcionalmente se proporciona un ácido antes, durante o después de la etapa de cristalización del sulfato de potasio
 - después de lo cual el sulfato de potasio que se obtiene se separa y se seca
 - en donde el tamaño de partícula del material cristalino se controla para que esté dentro de los intervalos proporcionados, opcionalmente con tamizaje y/o trituración,
- de manera que el material cristalino de sulfato de potasio resultante se ajuste a las siguientes características:
- la cantidad de material insoluble es inferior al 0,05 % en peso,
 - una solución al 1 % en peso de sulfato de potasio tiene un pH por debajo de 6 y/o al menos 1 unidad de pH por debajo del pH del sulfato de potasio bruto,
 - la fracción que se obtiene tras la cristalización tiene un tamaño promedio de partícula dentro de los siguientes parámetros:
 - d_{90} de 0,6 mm o menos, y
 - d_{10} de 0,02 mm o superior, y
 - cantidad de polvo al 0,4 % en peso o menos,
 - donde el sulfato de potasio contiene más del 51 % de potasio, calculado como K_2O .
2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde método consiste esencialmente en las siguientes etapas
- se disuelve el sulfato de potasio bruto,
 - el sulfato de potasio disuelto se somete a una etapa de eliminación de material sólido,
 - se cristaliza el sulfato de potasio,
 - mientras que opcionalmente se proporciona un ácido antes, durante o después de la etapa de cristalización del sulfato de potasio
 - después de lo cual el sulfato de potasio que se obtiene se seca
 - en donde el tamaño de partícula del material cristalino se controla para que esté dentro de los intervalos proporcionados, opcionalmente mediante tamizaje y/o trituración
- de manera que el material cristalino de sulfato de potasio resultante se ajuste a los parámetros descritos.
3. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la disolución se efectúa a una temperatura elevada de 50 °C o más, y la cristalización se efectúa al enfriar la mezcla a una temperatura por debajo de 50 °C.
4. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde opcionalmente la disolución se efectúa a temperatura ambiente o ligeramente elevada de entre 20 y 50 °C, y en donde la cristalización se efectúa por evaporación de agua.
5. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el tamaño de partícula del material cristalino se controla para que esté dentro de los intervalos proporcionados, solo mediante tamizaje.
6. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde una solución al 1 % en peso del sulfato de potasio tiene un pH por debajo de 6, preferentemente por debajo de 5.
7. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la fracción que se obtiene tras la cristalización tiene un tamaño promedio de partícula dentro de los siguientes parámetros: d_{90} de 0,5 mm o menor.

8. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la fracción que se obtiene tras la cristalización tiene una cantidad de partículas menor que 10 μm o menor que 0,2 % en peso,
- 5 9. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el sulfato de potasio contiene más del 52 % de potasio, calculado como K_2O .
- 10 10. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde se proporciona polvo de sulfato de potasio en donde el 80 % en peso o más del polvo tiene un tamaño de partícula de 0,2 mm o menos, y tal, que el 80 % en peso o más es de 0,02 mm o más.
11. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el ácido se elige entre hidrógeno sulfato de potasio, ácido sulfúrico o ácido nítrico.
- 15 12. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la cantidad de cloruro en el sulfato de potasio es 1 % en peso o menos, y con mayor preferencia 0,5 % en peso o menos.
- 20 13. Un método de cultivo que comprende la aplicación de un polvo de sulfato de potasio que se proporciona por un método para producir sulfato de potasio por (re)cristalización de sulfato de potasio bruto en donde el sulfato de potasio bruto contiene una cantidad de potasio, que se calcula como K_2O de 15 % en peso o más, preferentemente de 40 % en peso o más y tiene:
- 25 - más del 0,07 % en peso de material insoluble, y/o
 - una velocidad de disolución en donde a los 3 minutos de disolución de 100 gramos de producto en 1 L de agua a 20 °C con agitación, la cantidad de sulfato de potasio disuelto es inferior al 90 %, y/o
 - en donde un 1 % de sulfato de potasio bruto disuelto tiene un pH de 6 o más
- en donde el método comprende las siguientes etapas
- 30 - se disuelve el sulfato de potasio bruto,
 - el sulfato de potasio disuelto se somete a una etapa de eliminación de material sólido,
 - se cristaliza el sulfato de potasio,
 - mientras que opcionalmente se proporciona un ácido antes, durante o después de la etapa de cristalización del sulfato de potasio
 35 - después de lo cual el sulfato de potasio que se obtiene se separa y se seca
 - en donde el tamaño de partícula del material cristalino se controla para que esté dentro de los intervalos proporcionados, opcionalmente con tamizaje y/o trituración, preferentemente mediante tamizaje
- de manera que el material cristalino de sulfato de potasio resultante se ajuste a las siguientes características:
- 40 - la cantidad de material insoluble es inferior al 0,05 % en peso,
 - una solución al 1 % en peso de sulfato de potasio tiene un pH por debajo de 6, y/o al menos 1 unidad de pH por debajo del pH del sulfato de potasio bruto,
 - la fracción que se obtiene tras la cristalización tiene un tamaño promedio de partícula dentro de los
 45 siguientes parámetros:
- d_{90} de 0,6 mm o menos, y
 - d_{10} de 0,02 mm o superior, y
 - cantidad de polvo al 0,4 % en peso o menos,
- 50 donde el sulfato de potasio contiene más del 51 % de potasio, calculado como K_2O , en donde el polvo de sulfato de potasio se disuelve en agua, a los cultivos por fertirrigación, pulverización foliar o similar.
- 55 14. El método de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho sulfato de potasio se usa para fertirrigación y/o uso foliar en las hortalizas, las frutas, los tubérculos o cultivos de raíz, como las patatas o la remolacha azucarera, cereales como el maíz, el arroz, el trigo, la cebada, el grano, los cultivos oleaginosos, como la soja, el girasol, la colza o el cacahuete, u otros cultivos como el trébol, el algodón, la mostaza o el tabaco.
15. Uso de un polvo de sulfato de potasio que se obtiene con el método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-12, para fertirrigación o pulverización foliar.