

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 420 486**

51 Int. Cl.:

C05B 17/00 (2006.01)

C05D 1/00 (2006.01)

C01B 25/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.11.2008 E 08856584 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2013 EP 2225187**

54 Título: **Preparación de una composición basada en fosfatos de potasio**

30 Prioridad:

03.12.2007 IL 18782907

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

23.08.2013

73 Titular/es:

**ROTEM AMFERT NEGEV LTD. (100.0%)
MISHOR ROTEM PLANTS
86800 M.P. ARAVA, IL**

72 Inventor/es:

**JOSEF, ALEXANDER y
ZUKERMAN, ITSHAK**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 420 486 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

Preparación de una composición basada en fosfatos de potasio.

Campo de la Invención

5 La presente invención se refiere a un método de fabricación de un fertilizante particulado que comprende fosfatos de potasio, que es fácil de almacenar y utilizar, sin tendencia a aglomerarse.

Antecedentes de la Invención

10 Los fosfatos de potasio, que ofrecen a las plantas dos elementos importantes, son fertilizantes importantes; sin embargo, en muchas de sus formas, dichos fosfatos son inestables, y son difíciles de almacenar y manipular. Un fertilizante agroquímico ideal proporcionaría los elementos importantes necesarios para el crecimiento de las plantas, teniendo al mismo tiempo propiedades físicas apropiadas, y siendo fácil de fabricar, empaquetar y manipular. Idealmente, dicho fertilizante sería adecuado para formar gránulos o polvos que fluyen libremente y que no tienden a aglomerarse. Por supuesto, la técnica no proporciona todavía fertilizantes suficientemente adecuados para todas las situaciones, que tengan las características requeridas.

15 El fosfato monopotásico (MKP) y el fosfato dipotásico (DKP) son bien conocidos y se utilizan ambos como fertilizantes. Dado que MKP es algo ácido y DKP básico, su mixtura sería deseable en diversas aplicaciones, pero, lamentablemente, DKP, a pesar de su precio, no es un material fácil de almacenar y manipular, siendo inherentemente inestable en lo que respecta a su contenido de agua.

DE 25 01 959 da a conocer un producto de fórmula $K_xH_{3-x}PO_4$ donde $1 \leq x \leq 3$.

20 DE 22 42 937 da a conocer un proceso para la producción de fosfato de potasio en el que se obtienen cristales de fosfato monopotásico y se disuelven con hidróxido de potasio a una temperatura comprendida entre 80 y 110°C y se cristalizan varias veces antes de la obtención del fosfato mono- y/o di- y/o tri-potásico.

Por esta razón, es un objeto de la invención proporcionar un fertilizante sólido fácil de manipular y estable que comprende fosfatos de potasio, así como un método para fabricar a bajo precio dicho fertilizante.

25 Es un objeto adicional de la invención proporcionar un fertilizante particulado, no aglomerante, y que fluye libremente, que proporciona un pH entre 5 y 8 cuando se disuelve en agua.

Es otro objeto de esta invención proporcionar un fertilizante sólido particulado que suministra fósforo y potasio, fácil de almacenar y manipular.

Otros objetos y ventajas de la presente invención se verán a medida que avance la descripción.

Sumario de la Invención

30 La invención proporciona un proceso para fabricar un fertilizante sólido particulado basado en fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$, comprendiendo dicho proceso i) proporcionar una materia prima aceptable en agricultura constituida esencialmente por fosfato monopotásico (KH_2PO_4 , MKP); ii) proporcionar una materia prima aceptable en agricultura constituida esencialmente por hidróxido de potasio (KOH); iii) añadir agua a dicho MKP bruto en una cantidad de 20 a 100% en peso, basada en el peso seco del MKP; iv) añadir dicho KOH bruto a dicho MKP y agua del paso iii) en una cantidad de 18% en peso a 22% en peso, basada en los pesos secos de KOH y MKP; v) calentar la mixtura del paso iv) a vacío y bajo agitación lenta a temperaturas comprendidas entre 90°C y 140°C, hasta que se obtiene un material homogéneo que contiene desde 0,5% en peso a 5% en peso de agua; y vi) enfriar a la temperatura ambiente; obteniéndose con ello el fertilizante particulado basado en fosfato de potasio, que fluye libremente y sin tendencia a aglomerarse. Las propiedades adquiridas se preservan óptimamente cuando el producto se aísla herméticamente en envases de plástico. Dicho KOH bruto contiene preferiblemente al menos 30% en peso de KOH seco, y dicho MKP bruto contiene preferiblemente al menos 85% en peso de KH_2PO_4 seco. Dicho MKP se mezcla preferiblemente con agua en una cantidad de 40% en peso a 60% en peso basada en el peso seco del MKP, seguido por adición de KOH al 50% en una cantidad de 35% en peso a 45% en peso basada en el peso seco del MKP. En un proceso de acuerdo con la invención, dicho fertilizante sólido particulado está constituido esencialmente por una menor cantidad de agua y de fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$, en donde MKP y agua y KOH en dichos pasos iii) y iv) se mezclan en ratios de 1:0,25:0,20 basadas en pesos secos. Dicha temperatura durante la evaporación a vacío está comprendida preferiblemente entre 100°C y 130°C, en donde dicho vacío comprende una presión de 100 milibares o menos.

50 La invención se refiere a un fertilizante constituido esencialmente por fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$ y de agua en una cantidad de 0,2% en peso a 8% en peso, preferiblemente de 0,5% en peso a 5% en peso, y exhibiendo dicho fertilizante en su difractograma de rayos X una señal correspondiente a 2-theta de aproximadamente 70°. En una realización preferida de la invención, se proporciona un fertilizante que está constituido por fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$ en una cantidad de 92% en peso a 99% en peso, agua

en una cantidad comprendida entre 0,5% en peso y 5% en peso, e impurezas incidentales hasta 5% en peso. El fertilizante preferido de acuerdo con la invención contiene fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$ en una cantidad de al menos 95% en peso, y agua e impurezas incidentales hasta 5% en peso.

5 El fertilizante de la invención es un material particulado estable sin tendencia a aglomerarse. En un aspecto de la invención, el fertilizante se dispersa directamente en el suelo; en otro aspecto de la invención, el fertilizante se utiliza en la preparación de composiciones fertilizantes que proporcionan potasio y fósforo, que comprenden adicionalmente otros componentes seleccionados de fuente de nitrógeno, nutrientes adicionales de potasio o fósforo, microelementos, estimulantes, pesticidas, y agentes tensioactivos. El fertilizante particular de la invención es un material no polvoriento sin tendencia a aglomerarse, que exhibe higroscopicidad adecuada, por ejemplo 50%
10 cuando se expresa como C.R.U.

La invención está dirigida también a composiciones fertilizantes que comprenden fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$ que exhiben en su difractograma de rayos X una señal de aproximadamente 70° , y que comprenden adicionalmente otros elementos o componentes deseados, tales como fuentes de NPK y pesticidas, por ejemplo antifúngicos.

15 **Breve Descripción de los Dibujos**

Las características y ventajas anteriores de la invención y otras resultarán más claramente evidentes por los ejemplos que siguen, y con referencia al dibujo adjunto, en el cual:

Fig. 1 muestra difractogramas de rayos X de productos basados en fosfato de potasio; Fig. 1A es un difractograma de un material obtenido por mezclado en seco de MKP con DKP; Fig. 1B es un difractograma de un material
20 obtenido de acuerdo con la invención.

Descripción Detallada de la Invención

Se ha encontrado ahora que el fosfato monopotásico (MKP), cuando se mezcla con agua en una cantidad no suficiente para disolverlo, y luego con hidróxido de potasio (KOH), seguido por eliminación de la mayor parte del agua por evaporación a vacío a una temperatura comprendida entre 100°C y 130°C , proporciona un fertilizante
25 sólido conveniente basado en fosfato de potasio. Preferiblemente, se añadió KOH en una cantidad de 20% en peso con relación al MKP, basada en pesos secos, y el producto obtenido contenía menos de 5% en peso de agua. El sólido granular que fluía libremente resultó ser un fertilizante ideal, fácilmente manejable y estable, con un nivel razonable de higroscopicidad, y con tendencia baja a la aglomeración.

La invención se refiere a un proceso de fabricación de un fertilizante sólido, particulado y que fluye libremente con
30 baja tendencia a la aglomeración, constituido esencialmente por fosfato de potasio de la fórmula $H_3K_3(PO_4)_2$, que comprende los pasos de proporcionar MKP bruto aceptable en agricultura y KOH bruto, mezclar dicho MPK con agua añadida en una cantidad de 20 a 100% en peso basada en el peso seco del MKP, añadir KOH en una cantidad de 18% en peso a 22% en peso basada en pesos secos, calentar la mezcla a vacío a temperaturas de 90°C hasta 140°C mientras se agita lentamente dicha mezcla, y enfriar la mezcla a la temperatura ambiente. Dichas materias
35 primas pueden comprender agua en cantidades que no interfieran con las ratios requeridas definidas anteriormente, e impurezas adicionales incidentales que no son nocivas para la agricultura; las materias primas pueden comprender, por ejemplo, grado hortícola, grado técnico y grado alimentario. En una realización preferida de la invención, el paso de calentamiento a vacío se realiza siempre que la mezcla no alcance el contenido de agua comprendido entre 0,5% en peso y 5% en peso basado en el peso total del producto final. Dicho KOH puede
40 contener agua, y en una realización el KOH se añade a dicho MKP como una solución acuosa, por ejemplo una solución de aproximadamente 50% en peso. En una realización del proceso de acuerdo con la invención, MKP se mezcla con agua en una cantidad que va desde aproximadamente 20% en peso a aproximadamente 30% en peso basada en el peso seco del MKP, seguido por adición de KOH acuoso al 50% en una cantidad de 35% en peso a 45% en peso basada en el peso seco del MKP. En una realización preferida de la invención, se fabrica un fertilizante
45 sólido, particulado y estable constituido esencialmente por una cantidad menor de agua y de fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$ mezclando 1 parte en peso de MKP seco, 0,25 partes en peso de agua, y 0,20 partes en peso de KOH seco. Las cantidades anteriores de agua se recomiendan más bien en el sentido de cantidades mínimas necesarias; si están presentes cantidades iniciales de agua mayores, se causarán pérdidas energéticas innecesarias durante el proceso de secado. La invención está dirigida también a un fertilizante sólido particulado, que no tiende a
50 aglomerarse, que proporciona aproximadamente 45% en peso de P_2O_5 y aproximadamente la misma cantidad de K_2O . Un fertilizante de acuerdo con la invención puede contener agua en una cantidad de 0,5 a 5% en peso, y adicionalmente impurezas incidentales menores, aceptables en agricultura. En una realización, un fertilizante de acuerdo con la invención es un polvo que fluye libremente, estable al almacenamiento, que se disuelve fácilmente en agua proporcionando una solución clara al 1% en peso. Un fertilizante de acuerdo con la invención puede
55 proporcionar secciones turbias si contiene componentes menores insolubles. Una solución acuosa del fertilizante de acuerdo con la invención tiene usualmente un pH de aproximadamente 6,8.

El fertilizante de la invención está constituido esencialmente por fosfato de potasio de fórmula $H_3K_3(PO_4)_2$; ello significa que el fertilizante contiene principalmente, por ejemplo entre 80% en peso y 98% en peso de fosfato de

potasio de dicha fórmula, preferiblemente entre 95% en peso y 99% en peso, siendo el resto predominantemente agua. La fórmula anterior corresponde a la mixtura equimolar de MKP y DKP. Como se ha explicado arriba, DKP, aunque es un fertilizante deseado, es difícil de manipular. El fertilizante de la invención proporciona la misma composición que una mixtura de MKP con DKP, pero sin necesidad de comprar u obtener dicho DKP, y sin necesidad de almacenarlo y manipularlo. A fines de comparación, se mezclaron polvos de MKP y DKP y la mixtura resultante se comparó con un fertilizante de la invención; el fertilizante de la invención que fluía libremente, que no tendía a aglomerarse, tenía mejor consistencia que dicha mezcla simple de MKP y DKP. El fertilizante obtenido de acuerdo con la invención es más barato que una mezcla simple MKP/DKP, y es más adecuado para aplicaciones agrícolas. Los dos materiales se distinguen también por sus características fisicoquímicas, por ejemplo por XRD; por ejemplo, el fertilizante de la invención exhibe en su difractograma una señal alrededor del ángulo de 70° que está ausente en el difractograma de dicha mezcla simple MKP/DKP. Esta línea puede corresponder a una sal doble de la fórmula $\text{KH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; sin embargo, el fertilizante de la invención se obtiene más fácilmente que una mezcla simple MKP/DKP, es más barato, más fácil de utilizar, y difiere de sus propiedades físicas. El fertilizante de la invención es un sólido granular, fácilmente manejable y que fluye libremente con un nivel deseado de higroscopicidad y una baja tendencia a la aglomeración, obtenido en un proceso que incluye mezclar MKP y KOH en presencia de agua seguido por eliminar la mayor parte del agua por evaporación a vacío a temperaturas más altas.

La invención proporciona un sólido particulado muy soluble, que es una fuente excelente de potasio y fósforo para fertilización. El fertilizante obtenido puede almacenarse, transportarse y aplicarse fácilmente a las áreas a fertilizar.

El fertilizante de la presente invención, constituido esencialmente por fosfatos de la fórmula $\text{K}_3\text{H}_3(\text{PO}_4)_2$, puede utilizarse en la preparación de composiciones que comprenden otros elementos importantes de componentes deseados. Las composiciones de la invención pueden molerse, tamizarse y empaquetarse, v.g., en sacos, para almacenamiento, transporte y venta a los usuarios.

Ejemplo 1

Se preparó un lote del fertilizante de la invención en un reactor por mezcla de 1500 kg de MKP técnico, 560 kg de KOH acuoso de aproximadamente 50%, y aproximadamente 375 kg de agua. El orden de la adición de los componentes al reactor era importante: en primer lugar MKP, seguido por agua, y finalmente KOH. La adición de KOH iba acompañada por desprendimiento del calor de neutralización, lo que causó que la temperatura se elevara hasta 60-65°C. La mixtura se calentó mediante vapor hasta que la temperatura alcanzó 115°C, seguido por la activación de vacío durante agitación constante hasta que se eliminó el agua y la mixtura de reacción alcanzó la temperatura de 120°C. A continuación, la mixtura se enfrió a la temperatura de 45°C con agua fría, mientras que el vacío se interrumpió cuando la temperatura alcanzó 105°C.

La mixtura enfriada tenía un tamaño de partícula uniforme, con las características químicas y físicas siguientes:

El agua era aproximadamente 0,3% en peso (perdida a 100°C); la pérdida de agua por calentamiento a 300°C era 4,5% en peso; P_2O_5 era 45,2%, K_2O era 43,9%, CaO era 350 ppm, SO_4 era 0,43%; la fluidez relativa era 93,4% (100% MKP); la turbidez de una solución al 1% en agua era 5 NTU, y el pH era 6,8; la higroscopicidad era 50% C.R.H. (humedad relativa crítica).

Ejemplo 2

A fines de comparación, se prepararon tres materiales de dos maneras diferentes: (i) mezcla física de 43,9% MKP y 56,1% DKP; y (ii) preparación de una mixtura "in situ" por la reacción de MKP y KOH en presencia de agua, y secado a vacío mientras se agitaba, que es el método de la presente invención. Los productos resultantes eran similares en sus características químicas y físicas. Sin embargo, un análisis de rayos X de los dos productos reveló un pico fuerte típico de una sal doble en el fertilizante obtenido por el nuevo proceso.

Ejemplo 3

Una mixtura de N:P:K con la composición deseada de nutrientes de 22:22:22, relativa a $\text{N:P}_2\text{O}_5:\text{K}_2\text{O}$, se obtuvo por mezcla de un fertilizante de acuerdo con la invención y urea en una ratio en peso de aproximadamente 1:1. La mixtura resultante se analizó y se encontró que contenía 0,86% de agua (perdida a 100°C), higroscopicidad 50% C.R.H., y la turbidez de la solución al 1% era 15 NTU, y pH = 6,85. Se observó solamente una ligera aglomeración.

Una mixtura de N:P:K con la composición de nutrientes deseada de 7:22:45, relativa a $\text{N:P}_2\text{O}_5:\text{K}_2\text{O}$, se obtuvo por mezcla de un fertilizante de acuerdo con la invención y KNO_3 en una ratio en peso de aproximadamente 1:1. La mixtura resultante exhibía sólo una ligera aglomeración.

Una mixtura de N:P:K con la composición de nutrientes deseada de 11:35:14, relativa a $\text{N:P}_2\text{O}_5:\text{K}_2\text{O}$, se obtuvo por mezcla de un fertilizante de acuerdo con la invención y $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ en una ratio en peso de aproximadamente 1:1:1. La mixtura resultante exhibía sólo una ligera aglomeración.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para fabricar un fertilizante sólido particulado basado en fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$, comprendiendo dicho proceso
 - 5 i) proporcionar una materia prima aceptable en agricultura constituida esencialmente por fosfato monopotásico (KH_2PO_4 , MKP);
 - ii) proporcionar una materia prima aceptable en agricultura constituida esencialmente por hidróxido de potasio (KOH);
 - iii) añadir agua a dicho MPK en una cantidad de 20 a 100% en peso, basada en el peso seco del MKP;
 - 10 iv) añadir dicho KOH bruto a dicho MKP y agua del paso iii) en una cantidad de 17% en peso a 23% en peso, basada en los pesos secos de KOH y MKP;
 - v) calentar la mixtura del paso iv) bajo agitación lenta a temperaturas hasta 140°C, que comprenden vacío, hasta que se obtiene un material homogéneo que contiene desde 0,2% en peso a 8% en peso de agua; y
 - 15 vi) enfriar a la temperatura ambiente; obteniéndose con ello el fertilizante particulado basado en fosfato de potasio, que fluye libremente y sin tendencia a aglomerarse.
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho paso de calentamiento se realiza hasta que el contenido de agua de la mixtura disminuye a un valor de 0,5% en peso a 5% en peso basado en el producto final total.
- 20 3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho paso de calentamiento comprende aumentar la temperatura a presión normal hasta un valor comprendido entre 110°C y 120°C, seguido por aplicación de vacío mientras se mantiene la mixtura a una temperatura comprendida entre 110°C y 140°C.
4. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho KOH bruto contiene al menos 30% en peso de KOH seco, y se añade en una cantidad de 18% en peso a 22% en peso, basada en el peso seco de KOH y MKP.
- 25 5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho MKP bruto contiene al menos 95% en peso de KH_2PO_4 seco.
6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho MKP se mezcla con agua en una cantidad de 40% en peso a 60% en peso basada en el peso seco del MKP, seguido por adición de KOH acuoso al 50% en peso en una cantidad de 35% en peso a 45% en peso basada en el peso seco del MKP.
- 30 7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho fertilizante sólido particulado está constituido esencialmente por una cantidad menor de agua y de fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$, y en el cual están presentes MKP seco y agua y KOH seco en dichos pasos iii) y iv) en ratios en peso de 1/0,50/0,20.
8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicha temperatura está comprendida entre 100°C y 130°C.
- 35 9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho vacío comprende una presión de 100 milibares o menos.
10. Un fertilizante sólido particulado que fluye libremente sin tendencia a aglomerarse esencialmente, constituido por fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$, y agua en una cantidad de 0,5% en peso a 5 en peso, exhibiendo dicho fertilizante en XRD una señal correspondiente a 2-theta de aproximadamente 70°.
- 40 11. Un fertilizante de acuerdo con la reivindicación 10, constituido por fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$ en una cantidad de 92% en peso a 99% en peso, agua en una cantidad hasta 8% en peso, e impurezas incidentales hasta 5% en peso.
12. Un fertilizante de acuerdo con la reivindicación 11, constituido por fosfato de potasio de la fórmula $K_3H_3(PO_4)_2$ en una cantidad de al menos 95% en peso, y agua e impurezas incidentales hasta 5% en peso.
- 45 13. Un fertilizante de acuerdo con la reivindicación 10, que es un material particulado estable sin tendencia a aglomerarse.
14. Un fertilizante de acuerdo con la reivindicación 10, para uso en la preparación de composiciones fertilizantes que proporcionan potasio y fósforo, comprendiendo adicionalmente dichas composiciones al menos un componente seleccionado de fuente de nitrógeno, nutrientes adicionales de potasio o fósforo, microelementos, estimulantes, 50 pesticidas, y agentes tensioactivos.

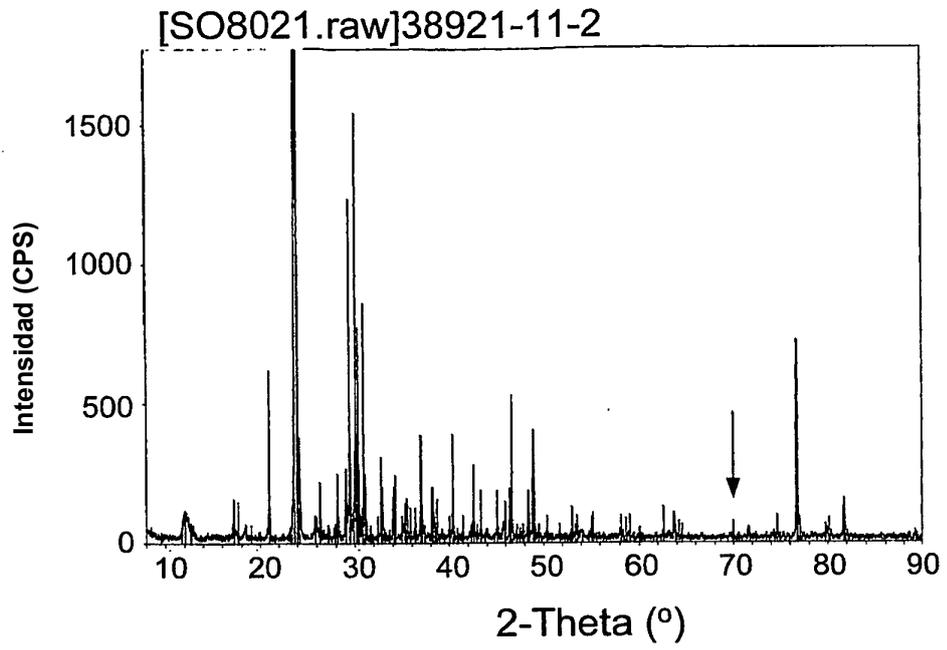


Fig. 1A

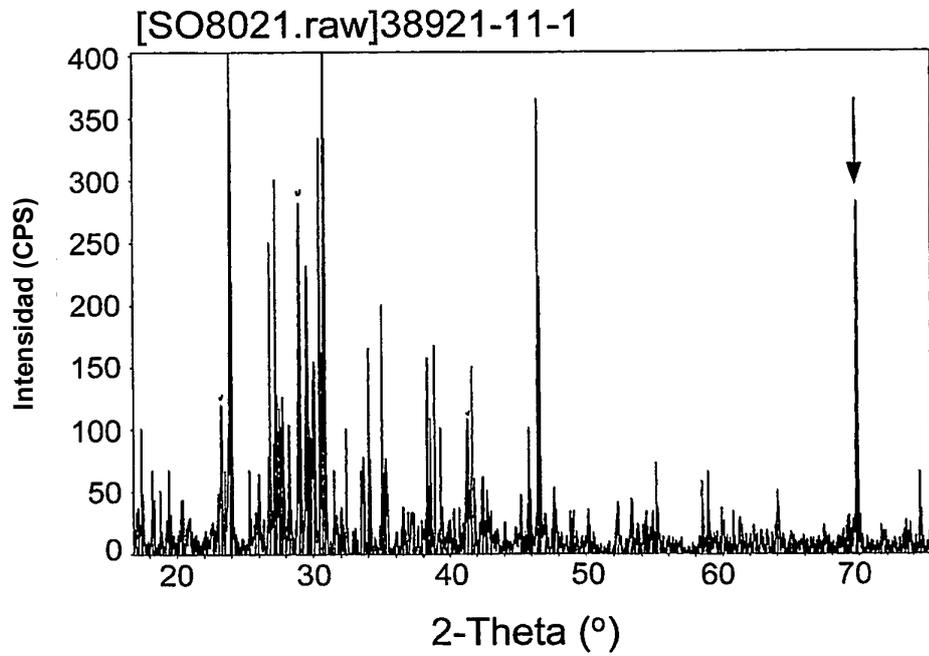


Fig. 1B