

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 668 376**

51 Int. Cl.:

C05G 3/08

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.12.2002** E 02028906 (2)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.03.2018** EP 1323695

54 Título: **Procedimiento para obtener fertilizantes minerales**

30 Prioridad:

24.12.2001 DE 10164103

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

17.05.2018

73 Titular/es:

**EUROCHEM AGRO GMBH (100.0%)
Reichskanzler-Müller-Str. 23
68165 Mannheim, DE**

72 Inventor/es:

**MEYER, BERND, DR.;
RÄDLE, MATTHIAS, DR.;
REUVERS, JOHANNES, DR. y
BÜHLER, GERD**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 668 376 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

Procedimiento para obtener fertilizantes minerales

5 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de fertilizantes minerales en forma de polvo, glóbulos, material compactado o granulado, que incluyen inhibidores de la nitrificación, a través de la aplicación de una solución o una suspensión que contiene al menos un inhibidor de la nitrificación sobre polvo, glóbulos, material compactado o granulado de un fertilizante mineral.

10 Se sabe que los fertilizantes nitrogenados con contenido en amonio son convertidos en nitritos y nitratos por las bacterias presentes en el suelo. En particular, esta nitrificación tiene lugar en suelos ventilados, que reaccionan con carácter neutro a alcalino, de forma relativamente rápida. Debido a su elevado nivel de movilidad en el suelo, en particular, el nitrógeno nítrico se ve amenazado de forma continua por las pérdidas por erosión en regiones con elevadas tasas de precipitación. Se conoce la adición de inhibidores de la nitrificación a los fertilizantes que contienen amonio para ralentizar la nitrificación. Estos compuestos ya en concentraciones bajas pueden ralentizar el efecto de las bacterias nitrificantes que existen en el suelo, de manera que el amonio que se fija relativamente bien al suelo sea transformado lentamente en nitrato que es fácilmente captado por las plantas y también experimenta un lixiviado de forma sencilla. Por consiguiente, tales fertilizantes nitrogenados que contienen inhibidores de la nitrificación se caracterizan por un suministro de nitrógeno retardado.

15 Ya se ha descrito una serie de compuestos como inhibidores de la nitrificación, tales como dicianamida o compuestos de pirazol.

20 Es importante que el inhibidor de la nitrificación se encuentre fuertemente unido al fertilizante. Con frecuencia, la aplicación del inhibidor de la nitrificación sobre fertilizantes ya granulados, en particular en el caso de DCD, presenta la desventaja de que el inhibidor de la nitrificación no se adhiere a la superficie y durante la manipulación del fertilizante se producen una abrasión y polvo molestos.

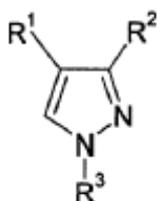
25 Además, muchos compuestos de pirazol son ligeramente volátiles. Esto conduce a pérdidas considerables, durante la aplicación del inhibidor de la nitrificación, en particular cuando se emplean temperaturas elevadas de hasta 130°C. También durante la aplicación a temperaturas bajas o durante el almacenamiento de los fertilizantes que contienen el inhibidor de la nitrificación, se producen pérdidas sustanciales y al mismo tiempo un impacto en el medio ambiente si no es posible fijar firmemente el inhibidor de la nitrificación sobre la superficie del fertilizante. La mezcla pura de inhibidor de la nitrificación y fertilizante no es suficiente para una fijación estable.

30 En el documento DE-A-41 28 828, se describen fertilizantes con contenido en amonio o urea y procedimientos para su preparación. Los fertilizantes se recubren con una sal de 3-metilpirazol y un ácido de forma adherente. En un dispositivo de pulverización o de mezcla, tal como un tambor de mezcla, se añade al fertilizante una solución salina acuosa muy concentrada. Tras la aplicación y la fijación de la sal, se puede aplicar también una cera, con lo que se proporciona una inclusión eficaz del inhibidor de la nitrificación, también en el caso de un almacenamiento prolongado en condiciones posiblemente desfavorables.

35 El 3-metilpirazol es extremadamente volátil, tiene mal olor y capacidad de alteración genética. Por tanto, los fertilizantes que incluyen 3-metilpirazol no se pueden exponer a temperaturas elevadas con el fin de evitar pérdidas demasiado elevadas. Por este motivo, el fertilizante se manipula durante la pulverización y posterior secado únicamente a temperaturas reducidas. Sin embargo, debido a la naturaleza higroscópica del fertilizante básico, no se puede lograr frecuentemente un secado suficiente a bajas temperaturas. A través de las soluciones concentradas utilizadas en el tambor de mezcla, no se obtienen recubrimientos suficientemente homogéneos de forma parcial. Las bajas temperaturas solo permiten el sellado con ceras o aceites de bajo punto de fusión, que pueden penetrar en los poros de los gránulos del fertilizante, y después no se puede evitar una aglomeración.

45 Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la preparación de fertilizantes minerales en forma de polvo, glóbulos, material compactado o granulado, que incluyen inhibidores de la nitrificación, a través de la aplicación de una solución o una suspensión que contiene al menos un inhibidor de la nitrificación sobre polvo, glóbulos, material compactado o granulado de un fertilizante mineral que evita los inconvenientes de los procedimientos existentes. En particular, el procedimiento debe ser de bajo costo y permitir una distribución homogénea del inhibidor de la nitrificación sobre la superficie del fertilizante sin efectos negativos sobre la calidad del producto y el medio ambiente.

50 El objeto se consigue de acuerdo con la invención mediante un procedimiento para la preparación de fertilizantes minerales en forma de polvo, glóbulos, material compactado o granulado, que contienen inhibidores de la nitrificación, a través de la aplicación de al menos un inhibidor de la nitrificación de fórmula general



en la que

R¹ significa un átomo de halógeno o un radical alquilo C₁₋₄

R² significa un radical alquilo C₁₋₄

5 R³ significa H o CH₂OH,

o una solución o suspensión que contiene una sal de adición de ácido del mismo, sobre polvo, glóbulos, material compactado o granulado de un fertilizante mineral, en donde la solución o la suspensión contiene como máximo 20% en peso del inhibidor de la nitrificación o de una sal de adición de ácido del mismo, en relación con la solución o la suspensión total y el fertilizante mineral durante la aplicación tiene una temperatura en el intervalo de 70 a 130°C y la solución o la suspensión se aplica en una cantidad tal que el fertilizante mineral contiene de 0,01 a 1,5% en peso del inhibidor de la nitrificación o de la sal de adición de ácido del mismo, en relación con el fertilizante mineral antes de la aplicación.

De acuerdo con la invención se puede llevar a cabo una distribución más homogénea del inhibidor sobre la superficie del fertilizante si en lugar de soluciones concentradas de inhibidor, se emplean soluciones diluidas. El disolvente aplicado sobre el fertilizante, generalmente agua, se evapora por tanto posteriormente antes de almacenar el fertilizante.

Los inhibidores de la nitrificación que se utilizan en el procedimiento de acuerdo con la invención son conocidos por sí mismos a partir del documento DE-A-196 31 764 (US6139596A). Como átomos de halógeno en la fórmula anterior se emplean flúor, cloro, bromo o yodo, preferiblemente flúor, cloro o bromo, especialmente cloro.

Se prefieren especialmente 3,4-dimetilpirazol, 4-cloro-3-metilpirazol, N-hidroximetil-3,4-dimetilpirazol, N-hidroximetil-4-cloro-3-metilpirazol, y así como sales de adición de ácido de los mismos. Como ácidos se emplean particularmente ácidos minerales, tales como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o especialmente ácido fosfórico. Por ejemplo, se puede emplear 3,4-dimetilpirazol en una solución de ácido fosfórico concentrada. Sin embargo, también se pueden aplicar nitratos, cloruros, sulfatos, sales de ácidos orgánicos tales como acetatos, oxalatos y polisulfonatos. Como ácidos se puede emplear también el denominado NP-ácido, que contiene ácido fosfórico y ácido nítrico y se forma por medio de la ruptura de fosfatos de la materia prima con ácido nítrico (proceso Odda). Para la identificación de la homogeneidad de los fertilizantes inhibidos, también se puede añadir un colorante a la solución de inhibidor. La formulación de inhibidor preferida consiste en una solución de 3,4-dimetil-pirazolfosfato en ácido fosfórico concentrado (aproximadamente 85%) con adición de un colorante. La presión de vapor del 3,4-dimetilfosfato es menor de 10⁻⁴ mbar. Además, este inhibidor es toxicológicamente inocuo.

Se prefiere el uso de derivados de pirazol, calculados como sal de un ácido en una concentración de 5 a 20% en peso, con especial preferencia de 8 a 15% en peso, en relación con la solución o la suspensión total. Se pueden utilizar de acuerdo con la invención, mezclas de dos o más inhibidores de la nitrificación. En particular, se emplean soluciones o suspensiones acuosas de los inhibidores de la nitrificación. Es ventajoso que, para evitar efectos negativos sobre las propiedades de almacenamiento del fertilizante, no permanezca demasiada humedad sobre el fertilizante. El contenido en agua del fertilizante no debe aumentar después de la aplicación de la solución de inhibidor y el secado del fertilizante caliente, en más de un 1,0%, en la realización preferida, como máximo aproximadamente 0,05 a 0,3%. También es concebible que después de aplicar el inhibidor, el fertilizante todavía se caliente ligeramente y se seque después. Esto debería hacerse preferiblemente en los derivados de pirazol de baja volatilidad, tales como 3,4-dimetilpirazol.

Puesto que en el procedimiento de acuerdo con la invención el fertilizante mineral, durante la aplicación, en particular, la pulverización de la solución o suspensión de inhibidor de la nitrificación, tiene una temperatura de 70 a 130°C, preferiblemente de 87 a 120°C, en particular de 91 al 120°C, especialmente de 100 a 120°C, se puede renunciar por lo general a un calentamiento adicional y posterior secado a pesar de las mayores cantidades de líquido. Se prefiere de acuerdo con la invención, que el aire emitido formado al aplicar el inhibidor de la nitrificación sobre el fertilizante mineral caliente, se trate para recuperar el inhibidor de la nitrificación. Para ello, el aire emitido formado durante el proceso de aplicación se puede purificar en sistemas de purificación de gases de emisión apropiados, tales como ciclones y/o columnas de lavado. Los polvos y las soluciones de lavado formados se pueden reciclar de nuevo en el procedimiento. Por ejemplo, la solución de inhibidor de enfoque se puede diluir con el agua de lavado y aplicar sobre la siguiente producción que se va a inhibir.

La concentración de inhibidor de la nitrificación en la solución o la suspensión y la cantidad aplicada sobre el

fertilizante mineral se ajustan preferiblemente de modo que el fertilizante mineral tenga de 0,01 a 1,5% en peso, con especial preferencia de 0,05 a 0,5% en peso de inhibidor de la nitrificación, calculado como una sal. La cantidad utilizada en cada caso particular se puede elegir libremente dependiendo de las condiciones de almacenamiento y del fertilizante.

- 5 De acuerdo con la invención se usan fertilizantes minerales. Estos son fertilizantes que contienen amonio o urea. Por consiguiente, como fertilizantes se pueden emplear todos los fertilizantes conocidos que contienen amonio o urea. Se hace una mención particular en este contexto a los fertilizantes NPK, es decir, fertilizantes que contienen nitrógeno, fósforo y potasio, nitrato de amonio calcio, es decir, fertilizantes que también contienen Ca, nitrato de sulfato de amonio (fórmulas generales $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ NH_4NO_3), fosfato de amonio y sulfato de amonio. También se
10 puede utilizar urea, pero se prefieren los fertilizantes que contienen amonio.

Estos fertilizantes son conocidos por los expertos en la técnica (véase, por ejemplo, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª edición, vol. A 10, 3 23 431, Verlagsgesellschaft, Weinheim, 1987). Los fertilizantes también pueden contener otros nutrientes tales como magnesio o nutrientes en trazas. Los fertilizantes preferidos que contienen amonio son fertilizantes NPK, nitrato de amonio calcio, nitrato de sulfato de amonio, sulfato de amonio o
15 fosfato de amonio. Los fertilizantes minerales tratados de acuerdo con la invención pueden estar en forma de polvo, material granulado, glóbulos o material compactado.

De acuerdo con la invención, antes, durante o después de la aplicación de una solución o una suspensión que contiene al menos un inhibidor de la nitrificación, el fertilizante mineral se puede tratar con un agente antiaglomerante y/o un agente de sellado. Preferiblemente, después de la aplicación de la solución o la suspensión,
20 un agente antiaglomerante y/o un agente de sellado con un punto de fusión en el intervalo de 50 a 130°C, preferiblemente de 87 a 120°C, en particular de 91 al 120°C, especialmente de 100 a 120°C se puede aplicar en forma fundida sobre el fertilizante mineral, preferiblemente en forma pulverizada. Un agente antiaglomerante y un agente de sellado adecuados se describen, por ejemplo, en los documentos DE-A-19 05 834 o también DE-A-41 28 828 y DE-A-196 31 764. Los agentes adecuados son, por ejemplo, ceras naturales o sintéticas tales como ceras de polietileno y/o polipropileno que tienen un peso molecular medio de 500 a 10.000, o también poliácidos inorgánicos u
25 orgánicos. Como poliácidos orgánicos adecuados se pueden emplear, por ejemplo, isopoliácidos o heteropoliácidos, en particular poli(ácidos fosfóricos) o poli(ácidos silícicos). Como poliácidos orgánicos se pueden considerar los polímeros que tienen una pluralidad de grupos de ácido carboxílico libres. Pueden ser homopolímeros o copolímeros. Como monómeros que contienen grupos carboxilo o grupos de ácido carboxílico, se pueden considerar
30 en particular ácidos monocarboxílicos o dicarboxílicos insaturados monoetílicos con 3 a 6 átomos de carbono, o sus correspondientes anhídridos, por ejemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido etilacrílico, ácido alilacético, ácido crotónico, ácido vinilacético, ácido maleico, ácido itacónico, ácido mesacónico, ácido fumárico, ácido citracónico, ácido metilomalónico, así como ésteres y mezclas de los mismos. Los poliácidos adecuados se explican con más detalle en el documento DE-A-196 31 764.

35 Los polímeros de revestimiento adecuados se describen adicionalmente en el documento EP-A-0 877 722. Se puede hacer referencia, además de a los polímeros mencionados en el mismo en forma de enumeración, en particular a los copolímeros de etileno portadores de grupos carboxilo, en los cuales los grupos carboxilo también pueden estar presentes en forma de sus sales. Estos copolímeros de etileno portadores de grupos carboxilo están compuestos preferiblemente de 75 a 90% en peso, preferiblemente 75 a 85% en peso de etileno y 10 a 25% en peso,
40 preferiblemente 15 a 25% en peso de un ácido carboxílico C_3 a C_8 insaturado olefinicamente en α . Como ácidos carboxílicos se pueden considerar en particular el ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido crotónico, ácido maleico, ácido fumárico o ácido itacónico, así como mezclas de los mismos.

La aplicación de la solución de inhibidor se puede realizar tanto antes y/o como después de un posible tratamiento con un agente antiaglomerante. Si la aplicación del inhibidor se realiza después del tratamiento con antiaglomerante,
45 un agente antiaglomerante con punto de fusión elevado, por ejemplo, una cera, se puede aplicar sobre el fertilizante a temperatura elevada. A continuación el fertilizante se ha de enfriar a la temperatura especificada. Si el tratamiento con un agente antiaglomerante se realiza después de la aplicación del inhibidor, entonces se pueden emplear también agentes antiaglomerantes con bajo punto de fusión, por ejemplo, se puede usar una formulación que contiene amina, para lograr una distribución suficientemente homogénea del agente antiaglomerante sobre la
50 superficie del fertilizante, al menos parcialmente enfriada. Es especialmente ventajoso, tratar el fertilizante a temperatura elevada con un agente antiaglomerante con alto punto de fusión, y antes o a continuación realizar la aplicación de la solución de inhibidor y eventualmente después realizar un tratamiento posterior con un agente antiaglomerante con bajo punto de fusión.

Para lograr una distribución óptima de la solución de inhibidor sobre la superficie (granulada), es ventajoso que la solución de inhibidor ya está bien distribuida previamente. Esto se puede lograr cuando se pulveriza la solución de inhibidor sobre el fertilizante (granulado) bien con el flujo de suministro al dispositivo de mezcla, tal como un tambor de mezcla, o inmediatamente después de la entrada en el dispositivo de mezcla. La distribución del inhibidor se puede identificar fácilmente de forma puramente visual si se añade un colorante a la solución de inhibidor antes de la aplicación, preferiblemente en cantidades tales que estén presentes en el fertilizante de 10 a 1000 g/t.
55

60 Los fertilizantes están presentes en el revestimiento preferiblemente en forma granulada o compacta. La aplicación

del inhibidor de la nitrificación puede llevarse a cabo para ello mediante un proceso de granulación inmediatamente después de la granulación, por ejemplo, en el tambor de secado o en la entrada de un tambor de tratamiento consecutivo. Un proceso de granulación similar se describe, por ejemplo, en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª edición, vol. A 10, página 378 y siguientes (Verlagsgesellschaft Weinheim, 1987). Esto puede asegurar que el fertilizante no se enfría mucho después de la granulación y de este modo no es necesario un nuevo calentamiento del fertilizante antes de la aplicación del inhibidor de la nitrificación. El inhibidor de la nitrificación se pulveriza entonces sobre el producto, y el producto se somete a rotación durante un tiempo entre 20 s y 20 min para distribuir el inhibidor de la nitrificación.

La dilución de la solución o la suspensión de inhibidor de la nitrificación conduce a una distribución homogénea del inhibidor sobre la superficie del fertilizante antes de que el agua se haya evaporado. En caso de que la energía que está presente en el fertilizante caliente no sea suficiente para evaporar en gran medida la masa de agua introducida adicionalmente con la solución del inhibidor, se puede dirigir aire caliente adicional sobre el granulado tratado con la solución o la suspensión de inhibidor de la nitrificación. Después de este secado, el fertilizante todavía caliente se puede recubrir con el agente antiaglomerante con alto punto de fusión en el mismo tambor o en un tambor aguas abajo y se procesa adicionalmente como de costumbre. Los fertilizantes que contienen amonio o urea obtenidos de acuerdo con la invención tienen superficies lisas y de bajo desgaste. Los requerimientos de energía en el procedimiento de acuerdo con la invención son insignificantes en relación con el proceso del fertilizante, sobre todo cuando la solución del inhibidor se aplica directamente en el proceso de producción sobre un producto calentado previamente.

La homogeneidad de los productos se puede determinar, por ejemplo, de forma puramente óptica por la distribución del colorante en la superficie del granulado o utilizando un método de "barrido". En el método de barrido, una monocapa del fertilizante inhibido y provisto de colorante se aplica en un escáner comercialmente disponible y se determina mediante programas de análisis de imagen el ángulo de tono de cada partícula individual. A través de una valoración estadística, la desviación estándar del ángulo de tono respecto al valor medio del ángulo de tono muestra a continuación la distribución del inhibidor. La dispersión del tono de color medio, (SMH), determinada de esta manera es menor cuanto menor es el valor.

La cantidad de inhibidor aplicada se puede analizar individualmente en cada grano de fertilizante por un método de HPLC. Esto permite la determinación precisa de la cantidad de inhibidor aplicada a un grano de fertilizante individual. El objeto del procedimiento de acuerdo con la invención es lograr que cada grano tenga la misma concentración, lo que en la práctica es casi imposible. Sin embargo, cuanto menor sea la desviación estándar de la concentración basada en el valor medio, mejor será la uniformidad de la distribución del fertilizante.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Se recubrieron a modo de ejemplo tres fertilizantes diferentes con el inhibidor de la nitrificación (3,4-dimetilpirazolfosfato, 3,4-DMPP) en tres ubicaciones en el proceso industrial.

Experimento A (Lote A, comparativo)

En un tambor giratorio operado de forma discontinua a escala de 10 t, se suministró 0,19% de 3,4-DMPP en forma de una solución de color verde de 3,4-DMPP, a un fertilizante de nitrato de sulfato de amonio frío (ASS) que contenía ácido fosfórico con un contenido en 3,4-DMPP de aproximadamente el 34%. La adición de solución de 3,4-DMPP tuvo lugar durante la carga del tambor giratorio. Después de un tiempo de rotación de aproximadamente 5 min, el tambor se vació y se analizó el producto.

Experimento B (Lote B, de acuerdo con la invención):

En la entrada de un tambor giratorio de funcionamiento continuo con un diámetro de aproximadamente 3 m y una longitud de aproximadamente 16 m, se aplicó una solución de 3,4-DMPP que contenía ácido fosfórico teñida a una solución de ASS calentada a aproximadamente 100-110°C, con un contenido en 3,4-DMPP de aproximadamente 13%.

El contenido en 3,4-DMPP en el fertilizante acabado era a su vez del 0,19%.

Experimento C (Lote C, comparativo):

En este experimento, se utilizó el mismo equipo y la misma solución de inhibidor que en el Experimento A. Sin embargo, la aplicación se realizó sobre fertilizante NP con la composición 25-10-0. La cantidad de inhibidor sobre el fertilizante tratado era del 0,18%.

Experimento D (Lote D, comparativo):

En una placa giratoria de laboratorio, se aplicó 0,18% de 3,4-DMPP en forma de una mezcla de DMPP/poli(ácido sulfónico) con un contenido en 3,4-DMPP de aproximadamente el 21%, sobre fertilizante NPK frío con la fórmula 20-

ES 2 668 376 T3

10-10 y se sometió a rotación durante 5 min.

Distribución del inhibidor

5 Se analizó para cada lote mediante el método HPLC una serie de gránulos de fertilizante en relación con el contenido en inhibidor de la nitrificación. Se definieron para ello el valor medio (M), la desviación estándar (STAB) y se determinó la relación entre la desviación estándar y el valor medio (STAB/M). Los resultados se resumen en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1: Contenido en 3,4-DMPP en % (peso) del fertilizante

	A	B	C	D
1	0,005	0,218	0,0201	0,024
2	0,014	0,218	0,024	0,025
3	0,017	0,230	0,0263	0,027
4	0,017	0,231	0,0503	0,028
5	0,116	0,257	0,0616	0,033
6	0,141	0,279	0,0627	0,036
7	0,144	0,320	0,0793	0,037
8	0,164	0,341	0,0815	0,042
9	0,17	0,357	0,0835	0,078
10	0,172	0,523	0,0851	0,078
11	0,174		0,1193	0,088
12	0,178		0,125	0,108
13	0,19		0,1534	0,138
14	0,195		0,1648	0,203
15	0,209		0,2572	0,218
16	0,22		0,2807	
17	0,273		0,2881	
18	0,31		0,3071	
19	0,369		0,311	
20	0,398		0,3723	
21	0,426			
22	0,688			
M	0,209	0,298	0,148	0,078

	A	B	C	D
STAB	0,159	0,0947	0,113	0,064
STAB/M	0,762	0,318	0,761	0,821

5 A partir de los resultados se muestra que la relación entre la desviación estándar y el valor medio para los revestimientos comparativos es más del doble en comparación con los gránulos de fertilizante recubiertos de acuerdo con la invención (lote B). Por lo que la distribución del inhibidor sobre el fertilizante según el procedimiento de acuerdo con la invención es mucho más uniforme que según el procedimiento comparativo. Esto muestra la ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención.

Valor de la aglomeración

10 En la bibliografía ya se conoce el aumento de la tendencia a la aglomeración de un fertilizante con un mayor contenido en agua. Esto se aplica a los fertilizantes recubiertos según los procedimientos convencionales que han sido tratados, por ejemplo, con soluciones o suspensiones acuosas de 3,4-dimetilpirazolfosfato, dicianamida o 3-metilpirazolfosfato. Todas estas formas de aplicación causan después del tratamiento un valor de aglomeración incrementado con respecto a los fertilizantes antes del tratamiento. Por tanto, los fertilizantes no inhibidos del tipo ASS (nitrato de sulfato de amonio) muestran valores de aglomeración normalmente de aproximadamente 20 N a 50 N, dependiendo del lote de producción y las condiciones de almacenamiento. Para productos que están inhibidos según el procedimiento de aplicación anterior, los valores de aglomeración están todos incrementados 15 aproximadamente en 40 N en comparación con el valor antes de la aplicación de la solución de inhibidor. Si la aplicación, sin embargo, es llevada a cabo según el procedimiento de acuerdo con la invención, no se produce ningún aumento medible de los valores de la aglomeración. Se podrían producir incluso lotes con valores de aglomeración de 9 N. Esto significa que estas propiedades cualitativas frente al estado antes del tratamiento, incluso se pueden mejorar.

20 La medición de estos valores de aglomeración se llevó a cabo a través de una carga de compresión definida durante un período de tiempo definido y una medición de la fuerza necesaria para golpear el fertilizante comprimido. La medida es realista, porque en las pilas después de la producción de fertilizante o durante el almacenamiento hasta el suministro de los fertilizantes, se aplica una presión estática a través de la pila sobre el fertilizante que es mayor para los fertilizantes que se encuentran almacenados cerca del suelo. Las alturas típicas de estas pilas se encuentran entre 5 y 15 m. En el experimento de acuerdo con la invención, la carga de compresión se simuló como 25 la que se produce en una pila en 15 m de altura de la carga. Esta carga de compresión se aplicó a una muestra de fertilizante con una base circular con un diámetro de 6 cm y una altura de 5 cm. En caso de fertilizantes envasados se produce un producto prensado que ya no se descompone más, sino que para descomponerse requiere una fuerza reductora. Esta fuerza se ha indicado anteriormente en N.

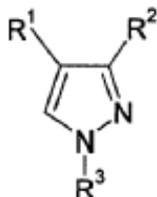
30 Abrasión

Una abrasión se produce frecuentemente en la parte inferior de fertilizantes inhibidos según el procedimiento anterior, que descienden en una envoltura de plástico, especialmente después repetidas manipulaciones. Resulta desagradable y claramente visible en particular en envases transparentes. Siguiendo una valoración visual - una evaluación común de las propiedades cualitativas en los fertilizantes - un ASS estabilizado convencionalmente se 35 valora generalmente como con "riesgo de abrasión de moderado a fuerte". Los productos producidos por el procedimiento de acuerdo con la invención mostraron una notable mejora en la evaluación. El producto se valoró como con "poco riesgo de abrasión". La medida de la abrasión se llevó a cabo en un equipo que se parece a los procesos de transporte técnicos naturales. En este caso, se mete el fertilizante en un tambor para rotar, y después de este tratamiento se determina la abrasión mediante un tamizado de menos de 0,5 mm y se valora 40 gravimétricamente. Un dispositivo para determinar esta abrasión es un tambor con un diámetro de 30 cm, en el que se introducen 100 g de fertilizante. Los tiempos de abrasión son, por ejemplo, de 60 min. Después de este procedimiento, se obtuvo el resultado descrito anteriormente.

Resumiendo, se puede establecer que los fertilizantes minerales recubiertos, preparados según el procedimiento de la invención muestran una distribución más uniforme del inhibidor de la nitrificación y muestran, además, una menor 45 tendencia a la aglomeración y a la abrasión. De modo que son fertilizantes minerales recubiertos muy superiores a los producidos por procedimientos conocidos.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de fertilizantes minerales en forma de polvo, glóbulos, material compactado o granulado, que contienen inhibidores de la nitrificación, a través de la aplicación de al menos un inhibidor de la nitrificación de fórmula general



- 5 en la que
- R¹ significa un átomo de halógeno o un radical alquilo C₁₋₄
- R² significa un radical alquilo C₁₋₄
- R³ significa H o CH₂OH,
- 10 o una solución o suspensión que contiene una sal de adición de ácido del mismo, sobre polvo, glóbulos, material compactado o granulado de un fertilizante mineral, en donde la solución o la suspensión contiene como máximo 20% en peso del inhibidor de la nitrificación o de una sal de adición de ácido del mismo, en relación con la solución o la suspensión total y el fertilizante mineral durante la aplicación tiene una temperatura en el intervalo de 70 a 130°C
- 15 y la solución o la suspensión se aplica en una cantidad tal que el fertilizante mineral contiene 0,01 a 1,5% en peso del inhibidor de la nitrificación o de la sal de adición de ácido del mismo, en relación con el fertilizante mineral antes de la aplicación.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución o la suspensión contiene adicionalmente un colorante.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque antes, durante y/o después de la aplicación de la solución o la suspensión que contiene al menos un inhibidor de la nitrificación, el fertilizante mineral se trata con un agente antiaglomerante y/o un agente de sellado.
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque después de la aplicación de la solución o la suspensión se aplica un agente antiaglomerante y/o un agente de sellado con un punto de fusión en el intervalo de 50 a 130°C en forma fundida sobre el fertilizante mineral.
- 25 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado, porque la aplicación es una pulverización.
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque cuando se aplica el inhibidor de la nitrificación el aire emitido formado se trata para recuperar el inhibidor de la nitrificación.
- 30 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el inhibidor de la nitrificación es 3,4-dimetilpirazol o una sal de adición de ácido fosfórico del mismo.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la temperatura del fertilizante mineral durante la aplicación es de 87 a 120°C.