

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 669 617**

51 Int. Cl.:

C05D 9/02 (2006.01)
C05B 1/04 (2006.01)
C05B 7/00 (2006.01)
C05B 13/06 (2006.01)
C05B 17/00 (2006.01)
C05B 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.07.2014 PCT/EP2014/064124**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.01.2015 WO15000996**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.07.2014 E 14734193 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018 EP 3016920**

54 Título: **Proceso para preparar un fertilizante**

30 Prioridad:

03.07.2013 US 201361842536 P

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

28.05.2018

73 Titular/es:

**SHELL INTERNATIONALE RESEARCH
 MAATSCHAPPIJ B.V. (100.0%)
 Carel van Bylandtlaan 30
 2596 HR Den Haag, NL**

72 Inventor/es:

**ALLAIS, CYRILLE PAUL;
 GARCIA MARTINEZ, RAFAEL ALBERTO;
 HUTTER, KLAAS JAN;
 INGOLDSBY, CHARLES JAMES;
 O'BRIEN, JASON TREVOR y
 TOMAZ, CARLOS**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 669 617 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para preparar un fertilizante

Campo de la invención

5 La presente invención proporciona un proceso para la preparación de un fertilizante basado en fosfato enriquecido con micronutrientes.

Antecedentes de la invención

10 Los micronutrientes incluyendo cinc, boro, cobre, hierro, cloro, molibdeno y manganeso son esenciales para el crecimiento de las plantas, pero solo se requieren en cantidades muy pequeñas. Los micronutrientes pueden incorporarse en formulaciones de fertilizantes, pero hay varios retos asociados con la incorporación efectiva del micronutriente. La incorporación del micronutriente en un fertilizante a granel puede dar lugar a una baja solubilidad del micronutriente de manera que no está disponible fácilmente para las plantas una vez aplicado a la tierra. El recubrimiento de un micronutriente en un fertilizante puede dar lugar a la pérdida del micronutriente mediante abrasión. Un fertilizante mezclado a granel, compuesto por una pequeña proporción de pellas o gránulos de micronutriente mezclado en uno o más fertilizantes, puede dar lugar a una baja distribución espacial del micronutriente, proporcionando una aplicación desigual del micronutriente en la tierra.

15 US 6.322.607 aborda el problema proporcionando un fertilizante enriquecido con cinc que proporciona una captación de cinc relativamente eficiente en la tierra o plantas. Describe un proceso para preparar fertilizantes de fosfato de amonio enriquecidos con cinc en los que se cogranulan el fosfato de amonio sólido y una fuente de cinc tal como óxido de cinc o sulfato de cinc. Se sugiere que el proceso evita o minimiza la reacción entre la matriz de fosfato de amonio y la fuente de cinc y, de esta manera, proporciona un cogranulado en el que el cinc está más fácilmente disponible para su captación en la tierra y plantas.

20 Los presentes inventores han buscado proporcionar un proceso para preparar un fertilizante basado en fosfato enriquecido con micronutrientes en el que el micronutriente está fácilmente disponible para las plantas.

Resumen de la invención

25 De acuerdo con esto, la presente invención proporciona un proceso para preparar un fertilizante basado en fosfato enriquecido con micronutrientes que comprende las etapas de:

(a) preparar una mezcla acuosa de fertilizante que comprende ácido fosfórico y/o roca de fosfato; y

(b) opcionalmente, granular la mezcla de fertilizante en una unidad granuladora;

30 en el que el pH de la mezcla de fertilizante se mide y controla en la etapa (a) o en la etapa (b) de manera que el pH se mantiene en un intervalo predefinido de 3,5 a 4; y en el que se añade una fuente de micronutriente en la etapa (a) o en la etapa (b), en el que el micronutriente es cinc.

35 Los presentes inventores han encontrado, sorprendentemente, que mediante el control del pH de manera que se mantiene en un intervalo predefinido, es posible asegurar que el micronutriente está presente en el fertilizante sustancialmente en una forma soluble en agua. En los procesos de la técnica anterior, el experto en la técnica ha buscado minimizar la reacción de la fuente de micronutriente y los demás componentes del fertilizante, pero los presentes inventores han encontrado que la solubilidad del micronutriente puede controlarse e incluso estimularse incluso cuando el micronutriente está presente durante la reacción de los componentes del fertilizante. El micronutriente en el fertilizante resultante está presente en una forma que está sustancialmente disponible para las plantas de manera que bien el fertilizante puede proporcionar una mayor concentración de micronutriente soluble en agua por unidad de masa de fertilizante para una concentración de micronutriente dada, o el experto en la técnica puede reducir el contenido de micronutriente en el fertilizante y aun así proporcionar una cantidad efectiva de micronutriente a las plantas. El micronutriente se distribuye en todo el fertilizante y no hay pérdida de micronutriente por abrasión.

Descripción de las figuras

45 La Figura 1 muestra una curva de titulación para amoniaco y ácido fosfórico y los valores de solubilidad en agua para cinc en fosfato monoamónico enriquecido con cinc.

La Figura 2 muestra una curva de titulación para amoniaco, ácido fosfórico y ácido sulfúrico y los valores de solubilidad en agua para cinc en fosfato monoamónico enriquecido con cinc.

50 La Figura 3 muestra la relación entre el pH y la solubilidad en agua de cinc en fertilizantes de fosfato monoamónico enriquecidos con cinc.

Descripción detallada de la invención

- El proceso de la invención comprende una etapa de preparar una mezcla acuosa de fertilizante que comprende ácido fosfórico y/o roca de fosfato. En una realización preferida de la invención, el fertilizante basado en fosfato es un fertilizante de fosfato de amonio (p. ej., fosfato monoamónico o fosfato diamónico) y la etapa (a) es una etapa de preparar una mezcla acuosa de fertilizante que comprende ácido fosfórico y amoníaco. En otra realización de la invención, el fertilizante basado en fosfato es superfosfato triple y la etapa (a) es una etapa de preparar una mezcla acuosa de fertilizante que comprende ácido fosfórico y roca de fosfato. En otra realización más de la invención, el fertilizante basado en fosfato es un superfosfato simple y la etapa (a) es una etapa de preparar una mezcla acuosa de fertilizante que comprende roca de fosfato y ácido sulfúrico.
- 5 Cuando el fertilizante basado en fosfato es un fertilizante basado en fosfato de amonio, las cantidades de amoníaco y ácido fosfórico se eligen para proporcionar la formulación de fertilizante preferida, pero también pueden variarse como un medio para controlar el pH. La relación molar N:P, que se refiere al número de moles de amoníaco por mol de ácido fosfórico, está adecuadamente en el intervalo de 0,9 a 1 para asegurar que el ácido fosfórico tiene un contenido en amonio ligeramente menor.
- 15 El ácido fosfórico tiene preferiblemente un contenido de 5 a 60 % en peso de P_2O_5 , más preferiblemente de 10 a 50 % en peso de P_2O_5 . El amoníaco se suministra preferiblemente como amoníaco anhidro.
- La mezcla de fertilizante es acuosa. Puede añadirse agua a la mezcla de fertilizante o puede haber agua suficiente en los demás componentes (p. ej., ácido fosfórico).
- 20 En una realización preferida, la mezcla de fertilizante comprende además azufre elemental. El azufre elemental puede añadirse como una suspensión de sólidos de partículas de azufre elemental, o como azufre fundido. La cantidad de azufre elemental está preferiblemente en el intervalo de 1 a 12 % en peso, en el que el porcentaje en peso es el peso del azufre elemental dividido por el peso total del producto fertilizante.
- 25 La mezcla de fertilizante puede comprender además ácido sulfúrico. La cantidad de ácido sulfúrico está preferiblemente en el intervalo de 1 a 5 % en peso, en el que el porcentaje en peso es el peso del ácido sulfúrico dividido por el peso total del producto fertilizante. La cantidad de ácido sulfúrico puede variarse como un medio para controlar el pH.
- 30 La etapa (a) se lleva a cabo preferiblemente en un preneutralizador, un reactor de tubos transversales, un molino amasador o un mezclador de peine. La reacción de los componentes del fertilizante es típicamente exotérmica y da como resultado un mezclado vigoroso de manera que no se requiere agitación adicional. El tiempo de residencia en un reactor de tubos transversales es preferiblemente sólo unos pocos segundos, p. ej., 1-5 segundos. El tiempo de residencia en un preneutralizador probablemente sea más largo, p. ej., de 30 a 60 minutos.
- El producto de la etapa (a) es una suspensión de sólidos acuosa. En una realización preferida del proceso de la invención, el proceso comprende una etapa de (b) granular el producto de la etapa (a) en una unidad granuladora.
- 35 El término "unidad granuladora" se usa para describir un dispositivo para formar gránulos de producto fertilizante. Los granuladores usados comúnmente se describen en Perry's Chemical Engineers' Handbook, capítulo 20 (1997). Los granuladores preferidos son granuladores de tambor o granuladores de bandeja. Preferiblemente, la mezcla se bombea y distribuye en un lecho rotativo de material en un granulador de tambor. Opcionalmente, pueden alimentarse agua y vapor en el granulador para controlar la temperatura del proceso de granulación según se necesite. Opcionalmente, pueden añadirse partículas de fertilizante recicladas a la unidad granuladora. Las partículas de fertilizante recicladas añaden agentes de granulación y nucleación. Se obtienen a partir del producto fertilizante final. Adecuadamente, tienen tamaños de partículas pequeños (denominados finos fuera de especificación).
- 40 El fertilizante granulado se seca preferiblemente en una unidad secadora. En una realización preferida, el fertilizante se seca al aire en la unidad secadora, evitando de esta manera la necesidad de equipamiento de secado adicional. Alternativamente, se usan unidades secadoras en las que la transferencia de calor para el secado se consigue por el contacto directo entre el sólido húmedo y los gases calientes, permitiendo de esta manera una etapa de secado más rápida. Típicamente, la unidad secadora es un secador rotatorio.
- 45 Preferiblemente, los gránulos de fertilizante se seleccionan según su tamaño en una unidad de selección para conseguir una distribución de tamaño más uniforme. Típicamente, los gránulos sobredimensionados se machacan y se devuelven a la unidad de selección mientras los gránulos infradimensionados se devuelven al granulador como los denominados finos fuera de especificación. Un intervalo de tamaño preferido para los gránulos de fertilizante es de 1,5 a 5,0 mm, más preferiblemente, de 2 a 4 mm, expresado como el diámetro promedio medio de los gránulos. Es más probable que el uso de gránulos que se encuentran en este intervalo permita una distribución más uniforme de los ingredientes del fertilizante en la tierra después de aplicar los gránulos en la tierra.
- 50 Una fuente de micronutriente se añade en la etapa (a) o la etapa (b). La fuente de micronutriente puede añadirse como un componente separado o puede añadirse como un componente en una mezcla de diferentes componentes.
- 55

El micronutriente es cinc y la fuente de micronutriente es preferiblemente óxido de cinc o sulfato de cinc. Sorprendentemente, los inventores han encontrado que la solubilidad del cinc en el producto fertilizante no está determinada por la solubilidad del cinc en la fuente de cinc; los compuestos de cinc insolubles y solubles son igualmente adecuados para uso como la fuente de cinc. Los inventores han encontrado que el sulfato de cinc puede reemplazarse fácilmente por el óxido de cinc, más denso y menos costoso, y todavía da lugar a un fertilizante con la misma solubilidad en agua que el que puede obtenerse con sulfato de cinc.

En una realización alternativa de la invención, el micronutriente es cobre o boro. Las fuentes adecuadas de cobre comprenden óxido de cobre y sulfato de cobre. Las fuentes adecuadas de boro comprenden ácido bórico, borato de sodio y borato de calcio.

La cantidad de micronutriente está preferiblemente en el intervalo de 0,05 a 5 % en peso, en el que el porcentaje en peso es el peso del micronutriente elemental dividido por el peso total del producto fertilizante. La cantidad preferida de cinc está preferiblemente en el intervalo de 0,5 a 2 % en peso.

El pH de la mezcla de fertilizante se mide y controla en la etapa (a) o en la etapa (b) de manera que el pH se mantiene en un intervalo predefinido. Preferiblemente, se mide el pH del producto granulado de la etapa (b). La medición del pH del producto granulado se lleva a cabo adecuadamente usando métodos estándar de medición de pH para fertilizantes sólidos como se describe en el Estándar Europeo EN 13037. Esencialmente, el producto granulado se dispersa en agua (el producto granulado se muele en un molino si es necesario) y el pH de la suspensión resultante se mide usando un medidor de pH. Alternativamente, el pH puede medirse en línea, típicamente en la etapa (a). La medición del pH en la etapa (a) podría llevarse a cabo usando un medidor de pH.

El pH puede controlarse variando las cantidades de reactantes ácidos y básicos en la etapa (a) y/o en la etapa (b). Estos reactantes pueden ser los compuestos que formarán el fertilizante (p. ej., ácido fosfórico, amoníaco, ácido sulfúrico) y/o pueden ser ácidos y bases suplementarios añadidos solamente para controlar el pH.

El intervalo predefinido de pH se elige según el micronutriente que se va a incorporar. El experto en la técnica puede determinar el intervalo predefinido de pH llevando a cabo una titulación de los componentes del fertilizante y el micronutriente, p. ej., para un fertilizante de fosfato de amonio llevando a cabo una titulación de ácido fosfórico, amoníaco y micronutriente. En dicha titulación, el amoníaco se añade gradualmente a una mezcla de ácido fosfórico y el micronutriente. Se toman muestras a una variedad de valores de pH y se mide la solubilidad del micronutriente. La solubilidad puede medirse por diferentes métodos, incluyendo los descritos en la REGULACIÓN EUROPEA (EC) No 2003/2003 (EC Fertilizantes) o los descritos por la Asociación de Químicos de Fosfatos y Fertilizantes (AFPC).

El intervalo predefinido de pH es entre 3 y 4,5, preferiblemente entre 3,5 y 4, lo más preferiblemente entre 3,5 y 3,9. Si el pH es demasiado bajo, entonces la granulación se vuelve difícil. Si el pH es demasiado alto, entonces la solubilidad del cinc en el fertilizante se reduce. Mediante el control del pH en el intervalo predefinido de pH, el experto en la técnica asegura que el cinc en el fertilizante resultante está sustancialmente disponible para las plantas.

Es posible incorporar potasio en los fertilizantes de la invención. Esto puede conseguirse añadiendo una sal de potasio a la unidad granuladora en la etapa (b).

Los siguientes Ejemplos no limitantes son ilustrativos de la invención.

Experimento 1

Se produjo un fosfato de amonio enriquecido con cinc para estudiar la influencia del pH y relación molar en la solubilidad del cinc.

Se diluyeron 2,1g de ácido fosfórico de grado mercantil comercial (MGA - JR Simplot; 52,1 % P_2O_5 y 1,78 % H_2SO_4) en 20ml de agua desionizada en un vaso de precipitados y se tituló con una disolución de amoníaco que tenía una concentración de 0,85 moles. l^{-1} . El pH del recipiente de la reacción se registró con el tiempo mientras se añadía más amoníaco para obtener una curva de titulación para el sistema.

En paralelo, se preparó un fertilizante de fosfato de amonio enriquecido con cinc para estudiar la influencia del pH del fertilizante de fosfato de amonio en la solubilidad del cinc contenido en el fertilizante. En un vaso de precipitados de dos litros, se diluyeron 501g de ácido fosfórico de grado mercantil comercial (JR Simplot; 52,1 % P_2O_5 y 1,78 % H_2SO_4) en 503g de agua desionizada. Se añadieron 10,1g de polvo de óxido de cinc comercial y el vaso de precipitados se puso en una campana de humos y sus contenidos se agitaron con un agitador elevado. Se burbujó gas de amoníaco en la mezcla de reacción mientras se agitaba hasta que se alcanzó una relación molar de N:P por encima de uno; el pH era 6,7. Una muestra del fertilizante se recogió y se analizó para cinc total y soluble en agua usando métodos de preparación y herramientas analíticas según la "REGULACIÓN (EC) No 2003/2003 DEL PARLAMENTO Y EL CONSEJO EUROPEO". El fertilizante se tituló de nuevo para producir un fosfato monoamónico enriquecido con cinc que tenía una relación molar de aproximadamente uno. Se tomaron muestras de la suspensión de sólidos a un pH de 4,2 y 3,9. Estas muestras también se analizaron para cinc total y soluble en agua.

En la Figura 1 se proporciona una representación visual de los dos ensayos realizados. La curva es una curva de titulación para ácido fosfórico y amoníaco y debería leerse respecto al eje de la izquierda (que muestra la relación molar de N:P). Los cuadrados son valores de solubilidad en agua para cinc a tres valores diferentes de pH y deberían leerse respecto al eje de la derecha (que muestra porcentajes de solubilidad en agua).

- 5 A partir de la Figura 1, se puede observar que a un pH de 6,7, se alcanza una relación molar N:P de aproximadamente 1,6 y que, a esta relación molar, la parte del cinc soluble en agua del óxido de cinc insoluble presente en el fertilizante es casi cero. Sin embargo, cuando el pH se disminuye hasta pH 4,2, y más hasta pH 3,9, alcanzando relaciones molares N:P de aproximadamente 0,9, la parte del cinc soluble en agua del óxido de cinc insoluble presente en el fertilizante, se mejora en gran medida hasta más del 50 %, y más hasta más del 75 %, mostrando que un control agudo de pH y relación molar N/P puede permitir el control de la solubilidad del cinc, incluso cuando se usa óxido de cinc insoluble como fuente de cinc.

Experimento 2

Se produjo un fosfato de amonio enriquecido con cinc y sulfato de amonio para estudiar la influencia del pH y relación molar en la solubilidad del cinc.

- 15 Se diluyeron 2,31g de ácido fosfórico de grado mercantil comercial (JR Simplot; 52,1 % P_2O_5 y 1,78 % H_2SO_4) y 0,39g de ácido sulfúrico (93 %) en 20ml de agua desionizada en un vaso de precipitados y se tituló con una disolución de amoníaco que tenía una concentración de 0,85 moles. l^{-1} . El pH del recipiente de la reacción se registró con el tiempo mientras se añadía más amoníaco para obtener una curva de titulación para el sistema.

- 20 En paralelo, se preparó un fertilizante de fosfato de amonio enriquecido con cinc y sulfato de amonio para estudiar la influencia del pH del fertilizante de fosfato de amonio en la solubilidad del cinc contenido en el fertilizante. En un vaso de precipitados de dos litros, se diluyeron 542g de ácido fosfórico de grado mercantil comercial (JR Simplot; 52,1 % P_2O_5 y 1,78 % H_2SO_4) y 95g de ácido sulfúrico (93 %) en 512g de agua desionizada. Se añadieron 31g de hexahidrato de sulfato de cinc granular comercial y el vaso de precipitados se puso en una campana de humos y sus contenidos se agitaron con un agitador elevado. Se burbujeó gas de amoníaco en la mezcla de reacción y se siguió un método de titulación directa mediante el cual se tomaron muestras mientras se añadía amoníaco a las mezclas, su pH se registró y se midieron el cinc total y soluble en agua. Cuando la mezcla de reacción había alcanzado una relación molar N:P de más de aproximadamente 1,5 y un pH de 6,9, se añadió ácido fosfórico mientras se agitaba hasta que se alcanzó de nuevo una relación molar N:P de aproximadamente uno, simulando una titulación por retroceso. También se tomaron muestras mientras se simulaba la titulación por retroceso y se hicieron mediciones de cinc total y soluble en agua.

- 30 En la Figura 2 se proporciona una representación visual de los dos ensayos realizados. La curva es una curva de titulación para ácido fosfórico, ácido sulfúrico y amoníaco y debería leerse respecto al eje de la izquierda (que muestra la relación molar de N:P). Los cuadrados son valores de solubilidad en agua para cinc a diferentes valores de pH, en el que las muestras se tomaron durante la titulación por retroceso y deberían leerse respecto al eje de la derecha (que muestra los porcentajes de solubilidad en agua). Los diamantes son valores de solubilidad en agua para cinc a diferentes valores de pH, en el que las muestras se tomaron durante la titulación directa y también deberían leerse respecto al eje de la derecha (que muestra los porcentajes de solubilidad en agua).

- 35 A partir de la Figura 2 se puede observar que está presente una mayor cantidad de variabilidad de la solubilidad del cinc en suspensiones de sólidos de fosfatos de amonio en un intervalo de pH de tres a 6 y aproximadamente una relación molar de uno. Se observa además que la presencia de sulfato de amonio no influye en la relación de pH frente a solubilidad de cinc y que el uso de sulfato de cinc soluble como una fuente de cinc no evita la desolubilización del cinc a pH alto. Por último, se demuestra que la solubilización/desolubilización de cinc en fosfatos de amonio es un mecanismo reversible, dirigido por el pH y la relación molar.

Experimento 3

- 45 La demostración en planta piloto de la invención se realizó en una planta de granulación de una tonelada métrica por hora operada a una tasa de producción diaria de 300kg por hora.

Para este experimento, se preparó fosfato monoamónico enriquecido con cinc, azufre elemental y fosfato de amonio usando un reactor de tubos transversales con un grado de fertilizante diario de 12-40-0-10S-1Zn.

- 50 El producto de la reacción se granuló en un granulador rotatorio en presencia de hexahidrato de sulfato de cinc microgranular que se alimentó con el reciclado seco. La granulación se controló por la adición de agua y vapor según se requirió y los gránulos así producidos se secaron en un secador rotatorio, se tamizaron, se recogieron los gránulos del tamaño del producto y los gránulos sobredimensionados machacados se reciclaron al granulador, junto con los gránulos infradimensionados, en una disposición típica de planta de granulación.

- 55 Con el fin de estudiar la influencia del pH y la relación molar en la solubilidad del cinc en el fertilizante producido, se pidió al operador del granulador producir un grado que tuviera una relación molar N/P ligeramente inferior a uno

(diana = 0,98), uno a una relación molar de uno y un grado que tuviera una relación molar ligeramente superior a uno (diana 1,02).

Los análisis químicos de los productos obtenidos a las tres relaciones molares diana se muestran en la Tabla 1:

Tabla 1

	Relación Molar Diana		
	1,02	1,00	0,98
pH del fertilizante	4,49	4,02	3,78
P ₂ O ₅ (total)	40,1 %	42,7 %	42,1 %
N	11,9 %	11,8 %	11,5 %
S	10,1 %	9,8 %	10,3 %
Zn (total)	1,14 %	1,10 %	1,05 %
Zn (soluble en agua)	0,6 %	0,97 %	0,99 %
% de Zn soluble en agua	53 %	88 %	94 %

5

Se mostró de forma exitosa que la solubilidad del cinc incorporado en un fertilizante de fosfato de amonio puede mejorarse en gran medida mediante el control de la relación molar y el pH. Además, la comparación de estos resultados con los de los experimentos 1 y 2 muestra que el punto de adición de la fuente de cinc (gránulos sólidos al granulador comparado con premezclado con los ácidos) no influye mucho en la solubilidad del producto final.

10 Experimento 4

La demostración en planta piloto de la invención se realizó además para confirmar que el pH es la principal variable influyente para el control de la solubilidad en agua.

15 En la misma planta de granulación que en el Experimento 3, se prepararon diferentes fertilizantes enriquecidos con cinc cambiando la fuente de cinc y el punto de la adición. Se recogieron muestras, se analizaron para pH y solubilidad de cinc en agua y la relación entre el pH y la solubilidad en agua se muestra en la figura 3. Los triángulos muestran valores para sulfato de cinc granular, alimentado en el granulador en una titulación directa. Las cruces muestran valores para óxido de cinc en polvo, alimentado en el granulador en una titulación por retroceso. Los cuadrados muestran valores para sulfato de cinc granular, alimentado en el granulador en una titulación por retroceso. Los diamantes muestran valores para óxido de cinc en polvo, alimentado en el preneutralizador en una
20 titulación por retroceso.

La gráfica muestra que la reducción del pH tiende a incrementar la solubilidad en agua.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un fertilizante basado en fosfato enriquecido con micronutriente que comprende las etapas de:

(a) preparar una mezcla acuosa de fertilizante que comprende ácido fosfórico y/o roca de fosfato; y

5 (b) opcionalmente, granular la mezcla de fertilizante en una unidad granuladora;

en el que el pH de la mezcla de fertilizante se mide y controla en la etapa (a) o en la etapa (b) de manera que el pH se mantiene en un intervalo predefinido de 3,5 a 4; y en el que se añade una fuente de micronutriente en la etapa (a) o en la etapa (b), en el que el micronutriente es cinc.

10 **2.** Un proceso según la reivindicación 1, en el que el fertilizante basado en fosfato es un fertilizante de fosfato de amonio y la etapa (a) es una etapa de preparación de una mezcla de fertilizante que comprende ácido fosfórico y amoníaco.

3. Un proceso según la reivindicación 1, en el que el fertilizante basado en fosfato es superfosfato triple y la etapa (a) es una etapa de preparación de una mezcla de fertilizante que comprende ácido fosfórico y roca de fosfato.

15 **4.** Un proceso según la reivindicación 1, en el que el fertilizante basado en fosfato es superfosfato simple y la etapa (a) es una etapa de preparación de una mezcla de fertilizante que comprende roca de fosfato y ácido sulfúrico.

5. Un proceso según cualquier reivindicación precedente, en el que la mezcla de fertilizante comprende azufre elemental.

6. Un proceso según cualquier reivindicación precedente, que comprende una etapa de (b) granular el producto de la etapa (a) en una unidad granuladora.

20

Figura 1

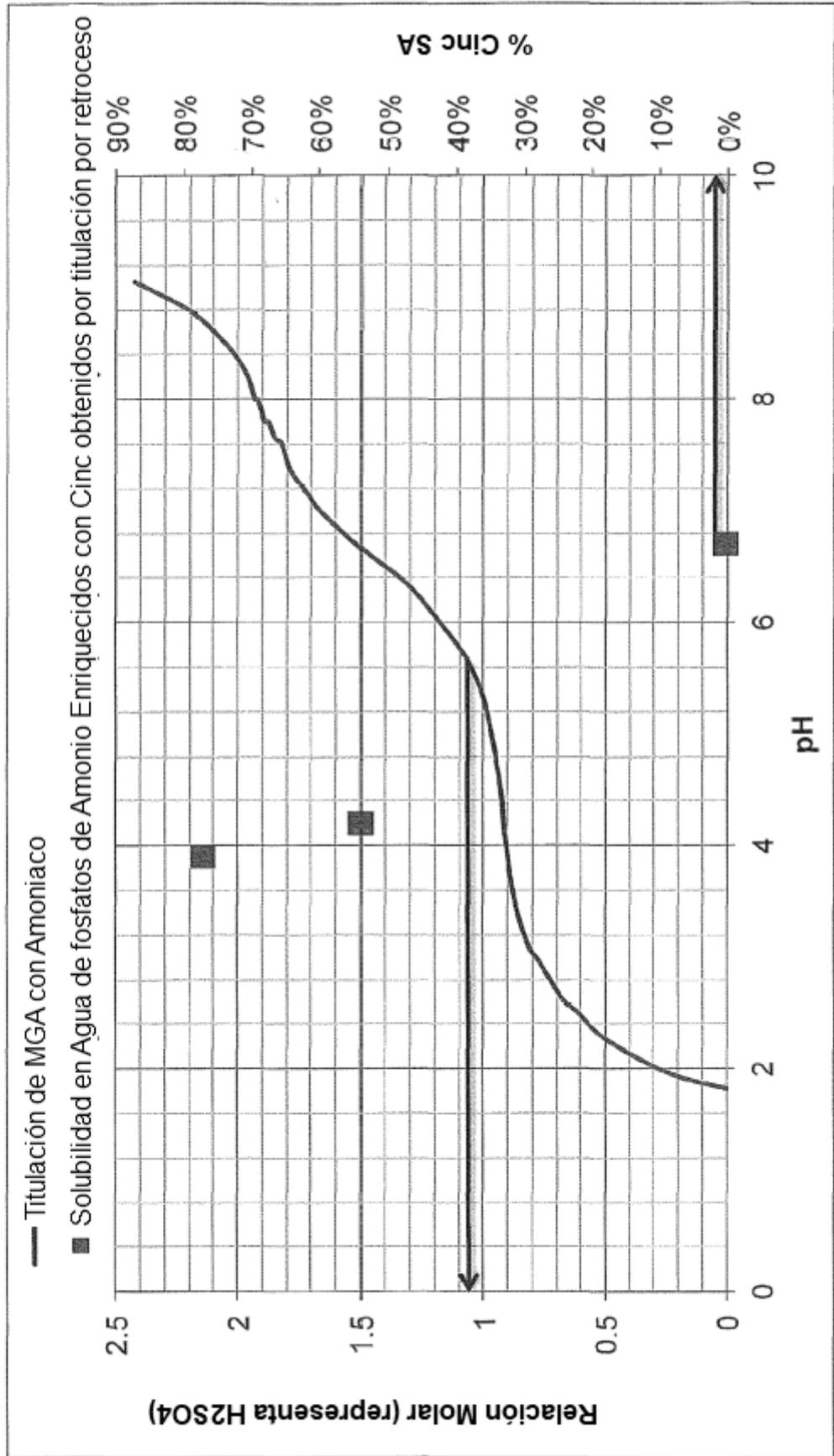


Figura 2

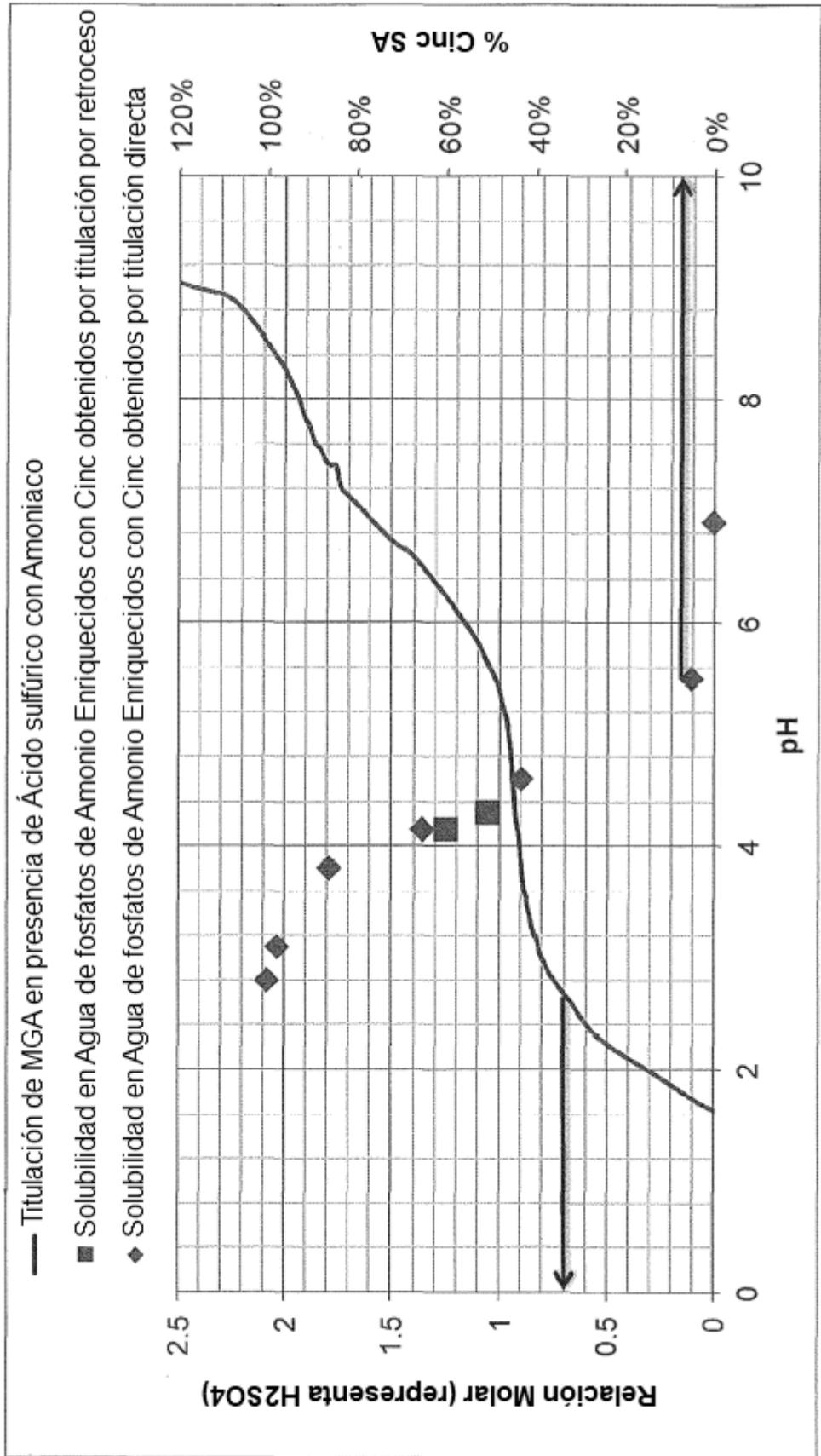


Figura 3

