



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0047522

(51)^{2020.01} C05G 3/90

(13) B

(21) 1-2019-04253

(22) 30/01/2018

(86) PCT/EP2018/052200 30/01/2018

(87) WO2018/141708 09/08/2018

(30) 10 2017 201 608.6 01/02/2017 DE

(45) 25/06/2025 447

(43) 25/11/2019 380A

(73) EUROCHEM AGRO GMBH (DE)

Reichskanzler-Müller-Straße 23, 68165 Mannheim, Germany

(72) PETERS, Nils (DE).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) HỖN HỢP CHỨA 3,4-DIMETYLPIRAZOL, QUY TRÌNH SẢN XUẤT HỖN HỢP NÀY VÀ QUY TRÌNH SẢN XUẤT PHÂN BÓN CHỨA NITƠ AMONI Ở DẠNG BỘT, HẠT, HẠT VỤN, VIÊN HOẶC HẠT ÉP ĐÙN ĐÃ ĐƯỢC LÀM ỔN ĐỊNH

(21) 1-2019-04253

(57) Sáng chế đề cập đến hỗn hợp chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 20% đến 35% khối lượng và 3,4-dimethylpyrazol với lượng nằm trong khoảng từ 15% đến 19% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng, và axit phosphoric theo tỷ lệ mol so với 3,4-dimethylpyrazol là ít nhất 1:1 được sử dụng để phủ phân bón chứa nitơ. Sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất hỗn hợp này và quy trình sản xuất phân bón chứa nitơ amoni ở dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn đã được làm ổn định.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hỗn hợp chứa 3,4-dimethylpyrazol, quy trình sản xuất hỗn hợp này và quy trình sản xuất phân bón chứa nitơ amoni ở dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn đã được làm ổn định.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Để cung cấp nitơ cần thiết cho thực vật trong nông nghiệp, về cơ bản các hợp chất amoni được sử dụng làm phân bón.

Các hợp chất amoni được chuyển hóa bằng vi sinh vật thành nitrat trong thời gian tương đối ngắn trong đất (quá trình nitrat hóa). Tuy nhiên, nitrat có thể bị rửa trôi đáng kể ra khỏi đất một cách dễ dàng hơn so với amoni. Thành phần nitơ bị rửa trôi dưới dạng nitrat không còn có thể cung cấp dinh dưỡng cho thực vật, và vì lý do đó, quá trình nitrat hóa nhanh là không mong muốn. Do đó, để khai thác phân bón tốt hơn, chất ức chế sự nitrat hóa được bổ sung vào phân bón. Nhóm chất ức chế sự nitrat hóa đã biết là nhóm các hợp chất pyrazol.

Vấn đề đối với việc sử dụng các hợp chất pyrazol làm chất ức chế sự nitrat hóa là tính dễ bay hơi cao của chúng. Vì vậy, trong quá trình bảo quản các chế phẩm phân bón chứa các hợp chất pyrazol, xảy ra sự mất mát hoạt chất liên tục qua quá trình bay hơi. Do đó, các hợp chất pyrazol phải được chuyển hóa thành dạng không bay hơi bằng các biện pháp thích hợp.

EP-B-1 120 388 mô tả việc sử dụng muối cộng axit phosphoric của 3,4-dimethylpyrazol làm chất ức chế sự nitrat hóa. Việc chuyển hóa thành muối cộng axit phosphoric làm giảm rõ rệt tính dễ bay hơi của hợp chất pyrazol.

Như được thể hiện trong bảng I của EP-B-0 917 526, 3,4-dimethylpyrazol phosphat có mức độ mất mát nhỏ hơn nhiều so với 3,4-dimethylpyrazol. EP-B-0 917 526 còn hướng dẫn việc sử dụng các polyaxit vô cơ hoặc hữu cơ để xử lý phân khoáng ở dạng bột hoặc ở dạng hạt mà chứa chất ức chế sự nitrat hóa. Theo cách này, tính dễ bay hơi của các hợp chất pyrazol cần được làm giảm một lần nữa. Để sản xuất, phân khoáng

được trộn với chất ức chế sự nitrat hóa, hoặc dung dịch chứa chất ức chế sự nitrat hóa, tùy ý cùng với polyaxit, được phun lên trên phân khoáng và tùy ý sau đó làm khô.

DE-C-101 64 103 đề cập đến các quy trình sản xuất phân khoáng rắn, trong đó các dung dịch hoặc huyền phù chứa các hợp chất pyrazol cụ thể được đưa vào phân khoáng. Dung dịch hoặc huyền phù này chứa chất ức chế sự nitrat hóa hoặc muối cộng axit của nó với lượng tối đa 20% khối lượng, tính theo tổng số dung dịch hoặc huyền phù. Trước khi đưa dung dịch hoặc huyền phù này vào, phân khoáng được làm nóng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 130°C. Việc làm nóng đảm bảo rằng không có quá nhiều nước có mặt trên phân khoáng. Cho rằng sự phân bố đồng đều hơn của chất ức chế trên bề mặt phân bón đạt được bằng cách sử dụng dung dịch loãng chứ không phải dung dịch chất ức chế đặc.

Trong thử nghiệm A, phân bón amoni sulfat nitrat (ASN) lạnh được biến đổi bằng 3,4-DMPP 0,019% ở dạng dung dịch 3,4-DMPP chứa axit phosphoric được tạo màu xanh lá có hàm lượng 3,4-DMPP khoảng 34%. Bằng cách so sánh với dung dịch loãng hơn theo sáng chế, kết quả là sự phân bố trên phân khoáng kém hơn.

Thành phần chính xác của dung dịch này không được xác định; cụ thể hơn, các hàm lượng nước hay axit phosphoric đều không được xác định. Hơn nữa, không có sự chỉ rõ dung môi nào được sử dụng.

Thông thường, trên thực tế, 3,4-dimethylpyrazol được trộn với axit phosphoric trong dung dịch nước chỉ ngay trước khi đưa vào phân khoáng, tạo ra muối cộng axit phosphoric của 3,4-dimethylpyrazol.

Ở đây thứ nhất cần phải định liều và trộn hai thành phần hóa học khác nhau theo tỷ lệ chính xác. Thứ hai, quá trình tạo muối là phản ứng hóa học tỏa nhiệt, và vì vậy các biện pháp an toàn tương ứng cần phải được thực hiện. Việc thực hiện tại hiện trường cũng đối mặt với các vấn đề liên quan đến việc cấp giấy phép.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất hỗn hợp để đưa vào phân bón mà chứa 3,4-dimethylpyrazol ở dạng ít bay hơi hơn và có thể được xử lý trong các điều kiện môi trường theo cách đơn giản để đưa vào phân bón và được đưa vào trong các điều kiện môi trường.

Theo sáng chế, mục đích này đạt được bằng hỗn hợp chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 20% đến 35% khối lượng và 3,4-dimethylpyrazol với lượng nằm trong khoảng từ 15% đến 19% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng, và axit phosphoric theo tỷ lệ mol so với 3,4-dimethylpyrazol là ít nhất 1:1.

Mục đích này cũng đạt được bằng cách sử dụng hỗn hợp như vậy để xử lý hoặc phủ phân bón chứa nitơ amoni.

Mục đích này còn đạt được bằng quy trình sản xuất phân bón chứa nitơ amoni dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn đã được làm ổn định, trong đó hỗn hợp trên được đưa vào phân bón chứa nitơ amoni dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn và được phân bố một cách đồng đều trên khắp bề mặt phân bón.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo sáng chế, đã phát hiện ra rằng việc đưa 3,4-dimethylpyrazol dưới dạng chất ức chế sự nitrat hóa vào phân bón chứa nitơ amoni theo cách sao cho tính dễ bay hơi của 3,4-dimethylpyrazol được làm giảm là có thể theo cách có lợi khi 3,4-dimethylpyrazol được sử dụng cùng với axit phosphoric, để tạo ra muối cộng axit phosphoric của 3,4-dimethylpyrazol, trong đó tỷ lệ của muối cộng này, lượng nước và lượng axit phosphoric trong nước được điều chỉnh để thứ nhất thu được hỗn hợp phun được ổn định khi bảo quản. Thứ hai, thể tích hỗn hợp cần được phun lên trên phân bón đảm bảo sao cho có sự thấm ướt hoặc phủ đồng đều bề mặt phân bón, nhưng đồng thời việc đưa nước vào trong phân bón vẫn đủ thấp sao cho tính nguyên vẹn về cấu trúc của phân bón không bị ảnh hưởng hoặc làm xấu hơn.

Điều này là do, trong quá trình áp dụng bằng cách phun hoặc áp dụng bằng cách dùng trống dung dịch nước vào phân bón dạng hạt, việc sử dụng các lượng chất lỏng lớn quá mức dẫn đến làm mềm hoặc hòa tan phân bón rắn, vì vậy dạng ba chiều hoặc tính nguyên vẹn về cấu trúc của nó có thể không còn được đảm bảo hoặc, ví dụ, hạt phân bón bị mềm hoặc bị hòa tan một phần ở bề mặt và sau đó, đóng bánh với các hạt khác để tạo thành kết tụ. Mặt khác, nếu lượng chất lỏng quá thấp, thì sự phân bố đồng đều trên toàn bộ bề mặt của phân bón là không thể, và có trường hợp hàm lượng chất ức chế sự nitrat hóa trong hạt phân bón thấp cục bộ. Điều này dẫn đến các vị trí “mở” trong hạt phân bón tại đó sự phân hủy nitơ amoni thành nitrat bởi vi sinh vật có thể có khả năng tiến triển nhanh. Sự bao phủ bề mặt về cơ bản rất đồng đều và hoàn toàn bằng chất ức chế sự nitrat hóa là đặc biệt có lợi.

Các lượng nước và axit phosphoric được làm phù hợp với nhau sao cho thu được độ bám dính tốt và đồng đều hoặc sự lắng đọng tốt và đồng đều. Bằng cách điều chỉnh các tỷ lệ khác nhau của nước và axit phosphoric, có thể điều chỉnh độ nhớt của hỗn hợp đến trị số có lợi cho việc áp dụng.

Các nồng độ cao quá mức của 3,4-dimethylpyrazol (DMP) hoặc 3,4-dimethylpyrazol phosphat (DMPP) trong các chế phẩm nước thường dẫn đến độ ổn định khi bảo quản không đủ: đặc biệt ở nhiệt độ thấp, có sự kết tinh DMP hoặc DMPP tách khỏi hỗn hợp nước. Tuy nhiên, điều này làm cho việc xử lý tiếp khó khăn hơn do các chất rắn phải được đưa trở lại vào trong dung dịch trước khi áp dụng bằng cách phun hỗn hợp vào phân bón, hoặc ít nhất được phân bố đủ mịn sao cho hỗn hợp trở nên đồng đều và có thể phun được. Việc hòa tan chất kết tủa thường chỉ có thể với mức độ khó cao (pha loãng, làm nóng, chuyển động, thời gian), nếu có thể. Mặt khác, chất kết tủa làm giảm nồng độ trong dung dịch, điều này có thể dẫn đến liều lượng không chính xác và các lượng dưới mức tối thiểu được phép. Các nồng độ thấp quá mức không chỉ dẫn đến nước đưa vào không mong muốn mà còn dẫn đến chi phí bảo quản và vận chuyển cao.

Chất ức chế sự nitrat hóa được dự định để bảo vệ hàm lượng amoni của phân bón khỏi sự nitrat hóa sớm. Do đó, lượng cần đưa vào được chỉ dẫn bởi hàm lượng amoni của phân bón, mà có thể thay đổi một cách đáng kể theo phân bón. Đối với tất cả các phân bón chứa nitơ thông thường, lý tưởng là hỗn hợp chứa chất ức chế sự nitrat hóa như nhau cần phải có thể sử dụng được mà không cần pha loãng trước bằng nước hoặc cô đặc. Đồng thời, trong trường hợp thể tích áp dụng nhỏ, sự phân bố đồng đều và bao phủ hoàn toàn phân bón cần được đảm bảo; trong trường hợp các lượng lớn, việc đưa nước vào với lượng cao quá mức cùng với các hậu quả bất lợi của nó cần phải được tránh, và lượng tối thiểu cần thiết cho phép cần phải có thể sử dụng được trong một công đoạn.

Theo sáng chế, đã phát hiện ra rằng hỗn hợp nước theo sáng chế đặc biệt đáp ứng tất cả các nhu cầu cả về khả năng phối chế, độ ổn định khi bảo quản và các đặc điểm áp dụng và các đặc tính khi đưa vào phân bón chứa nitơ amoni với hàm lượng amoni khác nhau. Theo luật phân bón Đức, hàm lượng nitơ có thể là nitơ amoni, carbamide nitơ và xyanamit nitơ.

Quy định pháp lý là DMPP với lượng ít nhất là 0,8% khối lượng, tính theo nitơ amoni trong phân bón, cần được đưa vào. Theo loại phân bón, tuy nhiên, tỷ lệ của nitơ amoni trong phân bón có thể thay đổi trong phạm vi rất rộng. Đối với phân bón giàu

amoni, lượng DMPP cần được đưa vào và vì vậy, lượng chất lỏng cần được đưa vào là rất cao, điều này có thể dẫn đến sự hòa tan một phần hoặc sự phá vỡ hoặc đóng bánh các hạt phân bón.

Trong trường hợp phân bón chỉ có hàm lượng nitơ amoni thấp, ngược lại, lượng được áp dụng có thể quá thấp để đạt được sự thấm ướt hoặc bao phủ bề mặt đồng đều.

Mặt khác, không có lợi lắm khi chế phẩm DMPP, theo loại phân bón, phải được pha loãng trước khi đưa vào phân bón. Thứ nhất, có thêm bước áp dụng dễ sai số trong đó hóa chất phải được xử lý; thứ hai, việc phối trộn tốt phải đạt được để không có sự chênh lệch nồng độ trong hỗn hợp. Lượng nước phải không quá cao hay quá thấp để đảm bảo việc áp dụng không có sai số.

Theo sáng chế, đã phát hiện ra rằng DMP, đặc biệt cùng với axit phosphoric, tức là ở dạng sản phẩm phản ứng DMPP, có thể được phối chế trong hệ nước ở nồng độ có thể sử dụng trực tiếp được để phủ hầu hết các phân bón chứa nitơ amoni thông thường mà không cần thêm bước cô đặc hoặc pha loãng bất kỳ. Điều này là có thể vì nồng độ cụ thể của DMPP và nước, tốt hơn là không có các lượng đáng kể của các thành phần khác ngoài axit phosphoric ra và tùy ý thuốc nhuộm. Điều này còn dẫn đến tỷ lệ tối ưu của axit phosphoric trong hỗn hợp.

Theo sáng chế, còn phát hiện ra rằng có thể sử dụng hỗn hợp nước, sao cho không cần xử lý dung môi hữu cơ và loại bỏ chúng ở công đoạn làm khô. Theo cách này, việc xử lý hỗn hợp chứa DMPP rõ ràng được đơn giản hóa.

Hơn nữa, theo sáng chế, đã phát hiện ra rằng axit phosphoric được bổ sung vào có thể thay thế một phần nước có mặt trong hỗn hợp và cho phép điều chỉnh độ nhớt của hỗn hợp theo cách mong muốn, sao cho hỗn hợp vẫn có thể phun được, nhưng các giọt nhỏ dính vào các hạt phân bón và, ví dụ, khi áp dụng bằng cách dùng trống, dẫn đến độ bao phủ bề mặt đồng đều.

Các hỗn hợp theo sáng chế có độ nhớt lý tưởng để phủ phân bón. Chúng có độ nhớt của mật ong hoặc dầu hạt cải và do đó, không được hấp thu quá nhanh vào trong các hạt phân bón sau khi đưa vào. Theo cách này, việc phủ đồng đều là có thể do, trong trường hợp chuyển động cơ học của các hạt phân bón, hỗn hợp được phân phối đồng đều khắp toàn bộ bề mặt – và điều này cũng đúng với phân bón có hàm lượng amoni khác nhau.

Theo sáng chế, cũng phát hiện ra rằng việc áp dụng hỗn hợp (lắng đọng hỗn hợp) được cải thiện một lần nữa bằng cách sử dụng đồng thời axit phosphoric hoặc sử dụng DMPP chứ không phải DMP và hàm lượng nước cụ thể.

Việc bổ sung thuốc nhuộm vào hỗn hợp này cho phép kiểm tra bằng mắt việc áp dụng đồng đều vào phân bón: việc phủ phân bón không đều dễ thấy rõ bằng mắt.

Hỗn hợp theo sáng chế chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 20% đến 35,0% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 22,0% đến 32,0% khối lượng, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 25,0% đến 30,0% khối lượng, 3,4-dimethylpyrazol với lượng nằm trong khoảng từ 15% đến 19% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 16,0% đến 18,0% khối lượng, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 17,0% đến 17,8% khối lượng. Điều này không có nghĩa là, trong hỗn hợp cuối, 3,4-dimethylpyrazol phải có mặt ở dạng bazơ, mà chỉ đưa ra lượng sử dụng, tính theo hợp chất 3,4-dimethylpyrazol (khối lượng phân tử 96,13 g/mol). Phần còn lại của hỗn hợp (đến 100% khối lượng) có thể là axit phosphoric hoặc hỗn hợp gồm axit phosphoric và các thành phần khác.

Axit phosphoric được sử dụng đồng thời theo tỷ lệ mol so với 3,4-dimethylpyrazol trong vùng ít nhất là 1:1, tốt hơn là ít nhất 2:1, đặc biệt là ít nhất 3:1. Các khoảng thích hợp đối với tỷ lệ mol tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:1 đến 4,25:1, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2:1 đến 4:1, thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2,5:1 đến 3,75:1, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 3:1 đến 3,5:1. Điều này có nghĩa là axit phosphoric và 3,4-dimethylpyrazol tạo ra muối cộng axit phosphoric DMPP. Do đó, các hỗn hợp được mô tả trong phần mô tả và yêu cầu bảo hộ chứa, do sự có mặt của 3,4-dimethylpyrazol và axit phosphoric, ít nhất là muối cộng axit tương ứng DMPP với lượng lớn hơn nhiều và axit phosphoric bổ sung.

Tốt hơn là, tất cả 3,4-dimethylpyrazol trong các hỗn hợp theo sáng chế ở dạng muối cộng axit với axit phosphoric. Điều này có nghĩa là 3,4-dimethylpyrazol và axit phosphoric tốt hơn là được sử dụng ít nhất với các lượng đẳng mol. Để chuyển hóa tất cả 3,4-dimethylpyrazol, việc sử dụng một lượng dư nhỏ axit phosphoric là có lợi để thiết lập kiểu đặc tính có lợi về thể tích, độ nhớt, khả năng phun, đặc điểm kết tinh, đặc điểm lắng đọng, khả năng bảo quản. Cũng như hàm lượng nước và hàm lượng DMPP, lượng dư axit phosphoric cũng có phần trong này. Nó giúp, ví dụ, điều chỉnh độ nhớt của dung dịch đến trị số thích hợp.

Các hỗn hợp theo sáng chế có thể, cũng như 3,4-dimethylpyrazol và axit phosphoric, bao gồm chỉ có nước làm thành phần thứ ba, mà không có thành phần bổ sung khác. Do đó, tổng lượng của ba thành phần này có thể tổng cộng đến 100% khối lượng.

Nếu thành phần bổ sung khác được sử dụng đồng thời, thì lượng của nó tốt hơn là không lớn hơn 10% khối lượng, tốt hơn nữa nếu không lớn hơn 5% khối lượng, đặc biệt là không lớn hơn 3% khối lượng. Giới hạn dưới đối với các thành phần bổ sung khác này không bị giới hạn và có thể, ví dụ, là 0% khối lượng, 0,1% khối lượng hoặc 0,2% khối lượng. Do đó, trong trường hợp này, tổng lượng của các thành phần của hỗn hợp này có thể là 100% khối lượng.

Theo một phương án của sáng chế, không có axit amin nào được sử dụng đồng thời.

Như nêu trên, việc sử dụng đồng thời thuốc nhuộm là có lợi. Tốt hơn là, các hỗn hợp theo sáng chế chứa ít nhất một thuốc nhuộm với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 2% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,3% đến 1,5% khối lượng, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0,5% đến 1,3% khối lượng. Trong trường hợp đó, thành phần bổ sung khác cũng có thể có lượng nằm trong khoảng từ 0% đến 5% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0% đến 3% khối lượng, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0% đến 2% khối lượng. Tổng lượng của các thành phần của hỗn hợp theo sáng chế là 100% khối lượng.

Thuốc nhuộm có mặt, ví dụ, tính theo DMP, với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 10% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3% đến 7% khối lượng, đặc biệt là khoảng 5% khối lượng. Trong trường hợp này, tổng cộng của 3,4-dimethylpyrazol, nước và axit phosphoric có thể là 100% khối lượng.

Thành phần bổ sung khác có thể là các chất mà cải thiện độ thấm ướt của phân bón, đơn giản hoá khả năng phân tán của hạt rắn bất kỳ được tạo ra trong hỗn hợp hoặc làm khó đối với các cấu tử riêng hoặc toàn bộ hỗn hợp để kết đông ở nhiệt độ môi trường thấp. Các ví dụ hữu ích ở đây bao gồm rượu mono- hoặc polyhydric như etanol hoặc glycol. Tuy nhiên, ưu tiên thực hiện mà không cần dung môi hữu cơ và chất pha loãng.

Hỗn hợp được ưu tiên được cấu thành từ nước, 3,4-dimethylpyrazol, axit phosphoric và thành phần bổ sung khác với lượng nằm trong khoảng từ 0% đến 10% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng. Hỗn hợp được ưu tiên khác được cấu thành từ nước với lượng nằm trong khoảng từ 25,0% đến 30,0% khối lượng, 3,4-dimethylpyrazol với lượng nằm trong khoảng từ 17,0% đến 17,8% khối lượng, axit phosphoric và thuốc nhuộm với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 2% khối lượng và thành phần bổ sung khác với lượng nằm trong khoảng từ 0% đến 5% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng.

Các hỗn hợp theo sáng chế có thể được sản xuất theo cách mong muốn bất kỳ, ví dụ, bằng cách đưa 3,4-dimethylpyrazol và axit phosphoric và các thành phần khác vào trong nước và trộn. Cũng có thể trộn trực tiếp DMPP vào trong nước, tùy ý cùng với axit phosphoric bổ sung. Trình tự bổ sung và trộn ở đây có thể được chọn một cách tùy thích. Ưu tiên đối với việc nạp DMP ban đầu, bổ sung lượng axit phosphoric cần thiết hoặc mong muốn và sau đó, nếu cần, pha loãng bằng nước. DMP và axit phosphoric có thể được sử dụng được hòa tan trong nước hoặc trong hỗn hợp với nước.

Các hỗn hợp theo sáng chế nói chung ở dạng dung dịch không chứa hàm lượng chất rắn ở nhiệt độ môi trường (23°C). Thông thường, dung dịch này có thể bảo quản được ở nhiệt độ môi trường (23°C) trong khoảng thời gian vài tuần mà không kết tinh hoặc kết tủa các cấu tử riêng.

Hỗn hợp theo sáng chế được dùng để xử lý hoặc phủ phân bón chứa nitơ amoni. Các phân bón này có thể là phân bón chứa nitơ amoni lỏng hoặc rắn hoặc chế phẩm phân bón chứa nitơ amoni lỏng hoặc rắn.

Ở đây, ưu tiên sử dụng hỗn hợp với lượng mà, tính theo hàm lượng nitơ amoni của phân bón, 3,4-dimethylpyrazol có mặt với lượng ít nhất là 0,4% khối lượng. Tính theo DMPP, lượng tối thiểu cao hơn khoảng hai lần do axit phosphoric với khối lượng phân tử là 98 g/mol có khối lượng phân tử gần giống như DMP.

Các lượng sử dụng được đặc biệt ưu tiên dẫn đến 3,4-dimethylpyrazol có hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,4% đến 1,4% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,4% đến 0,8% khối lượng, tính theo nitơ amoni trong phân bón.

Tốt hơn là, hàm lượng nitơ amoni trong phân bón là ít nhất 20% khối lượng.

Theo một phương án của sáng chế, phân bón cần xử lý là ở dạng rắn. Ví dụ, ở dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn. Tốt hơn nếu ở dạng hạt. Các dạng ở trạng thái rắn thích hợp khác cũng có thể theo sáng chế.

Để áp dụng, việc làm nóng phân bón là không cần thiết; thay vào đó, có thể áp dụng ở nhiệt độ môi trường (ví dụ, từ 10 đến 30°C), nhưng trong trường hợp bất kỳ đều dưới 50°C.

Theo cách khác, hỗn hợp theo sáng chế cũng có thể được sử dụng để ổn định hóa các chế phẩm phân chuồng lỏng hoặc phân bón lỏng. Cũng trong trường hợp này, nitơ amoni được bảo vệ khỏi sự nitrat hóa nhanh quá mức.

Để sản xuất phân bón chứa nitơ amoni đã được làm ổn định, hỗn hợp theo sáng chế được áp dụng lên phân bón hoặc được đưa vào trong phân bón.

Ví dụ, hỗn hợp theo sáng chế được đưa vào phân bón chứa nitơ amoni ở dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn và được phân bố đồng đều trên bề mặt phân bón.

Sự phân bố đồng đều có nghĩa là ít nhất 75%, tốt hơn là ít nhất 85%, tốt hơn nữa là ít nhất 90% bề mặt, đặc biệt là toàn bộ bề mặt, của phân bón đã được thấm ướt hoặc được xử lý bằng hỗn hợp theo sáng chế. Trong trường hợp sử dụng đồng thời thuốc nhuộm, việc này có thể được kiểm tra bằng cách tạo màu phân bón. Do đó, phân bón được xử lý đã được làm ổn định chống lại sự nitrat hóa sớm. Với nghĩa này, thuật ngữ “phân bón chứa nitơ amoni đã được làm ổn định” được sử dụng theo sáng chế.

Hỗn hợp theo sáng chế có thể được đưa vào phân bón rắn theo cách thích hợp bất kỳ, ví dụ, bằng cách áp dụng bằng cách phun, áp dụng bằng cách dùng trống hoặc ngâm tẩm. Điều này liên quan đến chuyển động cơ học của phân bón để đồng nhất hóa việc áp dụng, ví dụ, bằng máy khuấy hoặc bằng chuyển động của phân bón, ví dụ, trong trống. Sau khi hỗn hợp theo sáng chế đã được đưa vào, phân bón được làm khô để loại bỏ hơi ẩm được đưa vào cùng với hỗn hợp. Việc làm khô tốt hơn là được thực hiện lên đến mức độ khô mà việc đóng bánh hoặc hòa tan phân bón được ngăn cản một cách chắc chắn. Trên thực tế, có lợi khi bảo quản phân bón đã được phủ trong vài ngày. Ngược lại với DE-C-101 64 103, không cần làm nóng phân bón khi áp dụng.

3,4-Dimethylpyrazol hoặc 3,4-dimethylpyrazol phosphat có thể được điều chế theo cách thích hợp bất kỳ. Ví dụ, việc điều chế này được mô tả trong EP-B-0 917 526 hoặc EP-B-1 120 388. Đối với các phương pháp điều chế thích hợp khác, cũng có thể tham khảo EP-B-0 974 585 và EP-B-2 748 148. Việc điều chế này cũng có thể tương tự như EP-A-0 529 473 hoặc EP-B-0 516 982.

Sáng chế được làm sáng tỏ một cách chi tiết bằng các ví dụ sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Chế tạo hỗn hợp

3,4-Dimethylpyrazol và axit phosphoric và thuốc nhuộm với lượng 5% khối lượng tính theo 3,4-dimethylpyrazol được đưa vào nước và được trộn bằng cách khuấy. Hỗn hợp này chứa DMP với lượng 17,4% khối lượng, nước với lượng 27,3% khối lượng và, dưới dạng phần còn lại (55,3% khối lượng), axit phosphoric với lượng lớn hơn lượng đẳng mol (dư). Thuốc nhuộm được bổ sung vào hỗn hợp này với lượng được quy định.

Ví dụ 2: Phủ phân bón

Đối với mỗi tấn phân bón chứa nitơ amoni khác nhau, các lượng sau của chế phẩm DMPP từ ví dụ 1 với hàm lượng DMPP là 34,8% khối lượng, tùy ý còn thêm axit phosphoric bổ sung và thuốc nhuộm được sử dụng:

kg DMPP 34,8%	kg H ₃ PO ₄	kg thuốc nhuộm	kg tổng số
5,26	0,00	0,06	5,32
5,67	0,00	0,06	5,73
2,97	1,76	0,07	4,80

Kết quả là phân bón có hàm lượng DMPP là 0,80% khối lượng, tính theo nitơ amoni.

Do hàm lượng nitơ amoni khác nhau của các phân bón riêng, tỷ lệ của DMPP trên mỗi tấn phân bón trong các ví dụ trên, từ trên xuống dưới, lần lượt là 0,148% khối lượng, 0,168% khối lượng và 0,088% khối lượng. Kết quả trong mỗi trường hợp là áp dụng đồng đều DMPP lên toàn bộ bề mặt phân bón.

Việc bổ sung axit phosphoric trong trường hợp phân bón thứ ba với hàm lượng nitơ thấp thu được tổng lượng thích hợp để áp dụng đồng đều mà không có nguy cơ bất kỳ hòa tan một phần phân bón bởi việc bổ sung nước.

Ví dụ 3

Tỷ lệ áp dụng của hỗn hợp từ ví dụ 1 được đưa ra dưới đây, tính được dựa trên DMP, được áp dụng cho các phân bón khác nhau:

Phân bón	kg/t DMP
Ure	1,8-9,5
15+15+15 S	0,4-3,0
AS	1,0-6,7

Trong tất cả các trường hợp, có sự áp dụng đồng đều DMPP lên phân bón. Không có sự hòa tan một phần và cũng không có sự đóng bánh phân bón trong quá trình phủ, tiếp theo làm khô hoặc bảo quản.

Ví dụ so sánh 4

Mức độ tăng nồng độ DMP trong dung dịch đến 20% khối lượng dẫn đến sự kết tủa DMPP sau vài ngày. Khi đưa vào phân bón với hàm lượng amoni thấp, khuyết tật đã được tìm thấy (áp dụng không đồng đều).

Việc làm giảm nồng độ DMP xuống 13% khối lượng, đặc biệt là trong trường hợp đưa vào phân bón với hàm lượng amoni cao, dẫn đến sự hòa tan một phần bề mặt của hạt.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hỗn hợp chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 22,0 đến 32,0% khối lượng và 3,4-dimethylpyrazol với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 19% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng, và axit phosphoric theo tỷ lệ mol so với 3,4-dimethylpyrazol là ít nhất 2:1.
2. Hỗn hợp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ hỗn hợp này chứa 3,4-dimethylpyrazol với lượng nằm trong khoảng từ 16,0 đến 18,0% khối lượng, tốt hơn là từ 17,0 đến 17,8% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng.
3. Hỗn hợp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ hỗn hợp này chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 25,0 đến 30,0% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng.
4. Hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ hỗn hợp này được cấu thành từ nước, 3,4-dimethylpyrazol, axit phosphoric và thành phần bổ sung khác với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 10% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng.
5. Hỗn hợp theo điểm 4, khác biệt ở chỗ hỗn hợp này được cấu thành từ nước với lượng nằm trong khoảng từ 25,0 đến 30,0% khối lượng, 3,4-dimethylpyrazol với lượng nằm trong khoảng từ 17,0 đến 17,8% khối lượng, axit phosphoric cũng như thuốc nhuộm với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng và thành phần bổ sung khác với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 5% khối lượng, tính theo toàn bộ hỗn hợp mà tổng cộng đến 100% khối lượng.
6. Quy trình sản xuất hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5 bao gồm bước đưa 3,4-dimethylpyrazol, axit phosphoric và tùy ý thành phần bổ sung khác vào trong nước và trộn các chất được đưa vào nước này.
7. Quy trình sản xuất phân bón chứa nitơ amoni ở dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn đã được làm ổn định, khác biệt ở chỗ hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5 được đưa vào phân bón chứa nitơ amoni dạng bột, hạt, hạt vụn, viên hoặc hạt ép đùn và được phân phối đồng đều khắp bề mặt phân bón.

8. Quy trình theo điểm 7, khác biệt ở chỗ việc đưa vào này được thực hiện bằng cách áp dụng bằng cách phun, áp dụng bằng cách dùng trống hoặc ngâm tẩm, trong đó phân bón được cho chuyển động cơ học để đồng nhất hóa việc áp dụng và được làm khô sau khi áp dụng.

9 Quy trình theo điểm 7 hoặc 8, khác biệt ở chỗ hỗn hợp này được đưa vào phân bón với lượng sao cho lượng 3,4-dimethylpyrazol, tính theo nitơ amoni trong phân bón, là ít nhất 0,4% khối lượng.

10. Quy trình theo điểm 9, khác biệt ở chỗ hỗn hợp này được đưa vào phân bón với lượng sao cho lượng 3,4-dimethylpyrazol, tính theo nitơ amoni trong phân bón, nằm trong khoảng từ 0,4 đến 1,4% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,4 đến 0,8% khối lượng.