

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 384 225**

51 Int. Cl.:  
**A01N 25/08** (2006.01)  
**A01N 25/10** (2006.01)  
**C05C 9/00** (2006.01)  
**C05G 3/10** (2006.01)  
**C05G 5/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **99955406 .6**  
96 Fecha de presentación: **09.06.1999**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1001676**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **24.05.2000**

54 Título: **Fertilizantes de liberación controlada prerrevestidos y procedimientos para su preparación**

30 Prioridad:  
**09.06.1998 US 94329**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**02.07.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**02.07.2012**

73 Titular/es:  
**Everris International B.V.**  
**Nijverheidsweg 1-5**  
**6422 PD Heerlen, NL**

72 Inventor/es:  
**JOHNSON, William R.;**  
**GOERTZ, Harvey M. y**  
**TIMMONS, Richard J.**

74 Agente/Representante:  
**de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 384 225 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

Fertilizantes de liberación controlada prerrevestidos y procedimientos para su preparación.

### Antecedentes de la invención

#### 1. Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a fertilizantes de liberación controlada según el preámbulo de la reivindicación 1, y a procedimientos para su preparación según el preámbulo de la reivindicación 17. Más particularmente, se refiere a composiciones de fertilizantes en forma de partículas formadas de gránulos de nutrientes (tales como gránulos de NPK) que tienen capas de prerrevestimiento o intermedias y capas de revestimiento encapsulantes o externas aplicadas sobre ellos. También se refiere a procedimientos para producir composiciones de fertilizantes en forma de  
10 partículas que tengan características deseables de liberación controlada.

#### 2. Descripción de la técnica relacionada

Los fertilizantes han sido usados durante miles de años para complementar nutrientes a un medio de crecimiento. Durante algún tiempo se ha sabido que el beneficio proporcionado por el nutriente adicional puede depender de cuando se suministra al medio de crecimiento y, a su vez, se encuentre disponible para las plantas que crecen en el  
15 medio de crecimiento. La liberación rápida de demasiado fertilizante puede ser antieconómica o incluso perjudicial para las plantas. Por otra parte, el suministro de muy poco fertilizante o la administración retardada de una cantidad adecuada puede hacer que las plantas mueran de inanición. Es deseable proporcionar composiciones de fertilizantes en forma de partículas que suministren una tasa relativamente uniforme de nutriente al medio de crecimiento a lo largo del tiempo u otro patrón de liberación específico.

20 El suministro de la cantidad correcta de nutriente durante un período de crecimiento extendido requería previamente aplicaciones múltiples de una cantidad relativamente pequeña de composiciones de fertilizantes, un método muy intensivo en mano de obra. Por consiguiente, se desarrollaron los fertilizantes de liberación controlada. Actualmente, es deseable aplicar el fertilizante una vez de cada pocas semanas a varios meses.

En general, los fertilizantes de liberación controlada usaban capas de revestimiento alrededor del gránulo de nutriente para que actuasen como una barrera física o química entre el núcleo de nutrientes y el medio de crecimiento ambiente. La barrera retrasaba el contacto del núcleo de nutrientes con la humedad y, de este modo, retrasaba el que la humedad disolviera el núcleo y la liberación del nutriente en el medio de crecimiento. La velocidad de liberación del nutriente dependía del material usado como barrera y de su espesor e integridad, entre otros factores.

30 Un enfoque para utilizar la técnica de barrera o de encapsulación se muestra en la patente de Estados Unidos nº 3.223.518, expedida el 14 de diciembre de 1965 a Louis I. Hansen y cedida en su anverso a Archer – Daniels – Midland. La patente de Hansen contempla productos fertilizantes que tienen una o múltiples capas de un revestimiento de imprimación aplicado sobre un núcleo de nutrientes con una o múltiples capas encapsulantes. Como se describe en la patente de Hansen, la capa de revestimiento de imprimación se curó completamente antes  
35 de la aplicación de la capa de revestimiento encapsulante. El fertilizante resultante mostró una liberación retardada del nutriente del núcleo en comparación con un gránulo de nutriente no revestido. Sin embargo, se ha encontrado que la aplicación repetida de capas de revestimiento y su curado consume mucho tiempo y no es comercialmente factible. Además, Hansen describe que los fertilizantes fabricados según sus enseñanzas sólo tienen una capa de imprimación y una capa de revestimiento encapsulante, liberan 30-40% del nutriente antes de 6 horas tras el  
40 contacto con la humedad y 50-60% antes de 24 horas. Tal producto suministra demasiado nutriente demasiado rápidamente para ser aceptable para algunas aplicaciones de fertilizantes de liberación controlada.

Otro enfoque posterior para intentar proporcionar una capa de encapsulación con características de liberación deseables se describe en la patente de Estados Unidos nº 4.657.576, expedida el 14 de abril de 1987 a Johannes  
45 M.H. Lambie y cedida en su anverso a Sierra Chemical Company. El núcleo está encapsulado con una resina insoluble en agua basada en dicitopentadieno, tal como la vendida en el mercado por The Scotts Company en asociación con la marca comercial OSMOCOTE. Aunque el uso de una barrera de polímero es similar a la capa de revestimiento de encapsulación descrita por Hansen en la referencia 3.223.518, se añaden ingredientes que regulan el pH del revestimiento. Según esta referencia, esto mejora algunos aspectos del patrón de liberación.

Un reconocido inconveniente de la aplicación de una barrera de polímero, tal como la capa de encapsulación  
50 OSMOCOTE, a un núcleo de nutrientes era que las propiedades de liberación del fertilizante dependían de la calidad del núcleo o sustrato sobre el que se aplicaba el polímero. Discontinuidades en la superficie de los sustratos, tales como agujeros en sustratos en forma de comprimidos, gránulos deformados o partículas que tengan grietas, hendiduras o irregularidades, creaban una cobertura incompleta o no uniforme del revestimiento. Típicamente, para los pesos de revestimientos menores, tales como 5 partes por cien del peso del núcleo ("PPH"), no se proporciona suficiente material encapsulante para cubrir adecuadamente los defectos en la superficie del núcleo de gránulos con  
55 núcleo de baja calidad y se crea una cantidad inaceptable de partículas imperfectamente revestidas. Previsiblemente, demasiadas de las partículas resultantes en una composición fertilizante liberan demasiado

nutriente en los primeros días, haciéndolas inapropiadas para algunos productos de liberación controlada (liberación retardada).

5 Se encontró que los intentos para compensar la incompleta o no uniforme cobertura de gránulos con núcleos baratos, irregulares, de mala calidad, aplicando una capa más gruesa del revestimiento de encapsulación producían menos resultados que los deseables. Doblar el peso de revestimiento hasta 10 partes por cien, por ejemplo, cubrirá más eficientemente los defectos de la superficie sobre más gránulos. Sin embargo, esta capa de revestimiento externa más gruesa sella tan eficientemente al nutriente en tal gran número de gránulos que o provoca el bloqueo o impide la liberación del nutriente del núcleo en el medio de crecimiento durante un período de tiempo demasiado largo para que sea comercialmente aceptable.

10 **Sumario de la invención**

Por lo tanto, es un objeto principal de la invención proporcionar un fertilizante en el que el núcleo de nutrientes lleva una capa de revestimiento intermedia o preliminar o para aumentar la encapsulación mediante subsiguientes capas de revestimiento externas.

15 Es otro objeto de la invención proporcionar un fertilizante en el que se obtengan características de liberación deseables, particularmente para núcleos de nutrientes con un alto grado de imperfecciones superficiales.

Otro objeto significativo y relacionado es proporcionar un fertilizante en el que los gránulos con núcleo de nutrientes lleven múltiples capas de revestimiento las cuales se curan después de la aplicación al núcleo para permitir patrones de liberación controlada deseables que, de otra manera, no podrían obtenerse, con o sin el uso de mayores pesos de revestimiento.

20 Otro importante objeto es proporcionar un fertilizante en el que las imperfecciones sobre la superficie de los gránulos de nutriente estén cubiertas y/o rellenas con el uso de pesos relativamente bajos de revestimiento de la capa de encapsulación para evitar capas gruesas que son caras y provocan el bloqueo de la liberación de los nutrientes o un tiempo de inducción excesivo para conseguir la liberación.

25 Aún otro objeto significativo es proporcionar un procedimiento para fabricar un fertilizante que tenga uno o más de los objetos descritos anteriormente, u otros objetos que serán evidentes, de una manera segura y eficiente en costes.

30 La invención proporciona un fertilizante según la reivindicación 1, y un procedimiento para su preparación según la reivindicación 17. Se ha encontrado que pueden conseguirse uno o más de los objetos anteriormente identificados, y otros, utilizando un revestimiento de aceite de linaza bruto sin curar, u otro aceite adecuado sin curar, entre el núcleo de nutriente y una capa de revestimiento de encapsulación de gránulos del nutriente fertilizante, tal como dicitopentadieno-aceite de linaza. El aceite de linaza bruto puede mezclarse con un agente ligante tal como una arcilla fina, tierra de diatomeas o un material similar antes de la aplicación al núcleo de nutrientes. Si se desea, el tiempo de procesado de la fabricación de la composición fertilizante puede disminuirse incluyendo también con la mezcla de aceite y arcilla un agente secante tal como un agente secante de manganeso/cobalto.

35 Se ha encontrado que el uso de arcilla con el aceite de linaza mejora el procedimiento para producir productos de fertilizantes granulares revestidos. Por ejemplo, sin la arcilla se producen una gran cantidad de finos, es decir, pequeños trozos rotos del revestimiento, por la acción de caída que se encuentran las partículas durante el procesado. Asimismo, el aceite de linaza bruto por sí solo tiende a penetrar en la capa de revestimiento de encapsulación de dicitopentadieno-aceite de linaza, exudar o migrar a través de la capa de polímero encapsulante externa. La presencia del aceite en el exterior de esta capa crea problemas de procesado.

40 El intento de solidificar la capa de prerrevestimiento de aceite de linaza curando la capa de prerrevestimiento para crear una capa curada separada, como sugiere la patente 3.223.518 de Hansen, previene la difusión o migración indebida del aceite de linaza en la capa encapsulante externa. Realmente, curar la capa de prerrevestimiento parece interferir con la interacción física de la capa de prerrevestimiento de aceite de linaza bruto y la capa de revestimiento de encapsulación. Ahora se ha descubierto que la presencia de una capa de prerrevestimiento de aceite de linaza bruto, sin estar curada, contribuye a mejorar significativamente la cobertura de los defectos superficiales del nutriente granular mediante la subsiguiente capa encapsulante y a las características de liberación de la composición fertilizante.

45 La presente invención aprovecha la interacción previamente desconocida entre el aceite de linaza no solidificado que fluye libremente, el cual puede mezclarse con un agente ligante tal como arcilla, tierra de diatomeas y materiales similares, y la capa de revestimiento de encapsulación. La interacción proporciona características de liberación al producto fertilizante acabado que, de otra manera, sólo se obtendrían con pesos de revestimiento incluso mayores, particularmente para sustratos que contienen agujeros u otras discontinuidades o imperfecciones superficiales. Aunque no se comprende completamente, actualmente se cree que la interacción del aceite de linaza y la capa de polímero rellena y taponan más eficientemente los agujeros, grietas y hendiduras superficiales del gránulo del núcleo. Esta misma interacción disminuye el tiempo de inducción.

5 En comparación con los métodos de procesado anteriores en los que la capa de prerrevestimiento se aplica y luego se cura antes de que se aplique la capa externa de revestimiento de polímero, la interacción nuevamente descubierta de la capa de prerrevestimiento de aceite y el polímero encapsulante puede explotarse mediante un nuevo procedimiento de fabricación. La capa de prerrevestimiento no se expone a temperaturas de curado hasta después de que se aplique la capa de encapsulación, proporcionando una oportunidad para que se produzca la interacción de relleno y taponado. Si los materiales de la capa de prerrevestimiento son curables mediante las temperaturas normalmente usadas para curar la capa de revestimiento de encapsulación, se espera que la capa de prerrevestimiento se cure simultáneamente al ser expuesta a temperaturas que curan la capa de encapsulación.

10 El uso de la invención permite el uso de gránulos de nutrientes de menor calidad, con menos peso de capa de revestimiento de encapsulación, para conseguir características globales de liberación controlada más deseables. La presente invención es una etapa hacia delante en el esfuerzo para obtener una mejor cobertura de un núcleo que tenga características superficiales imperfectas son los efectos perniciosos y el mayor gasto de usar pesos de revestimiento más gruesos.

### Breve descripción de los dibujos

15 La fig. 1 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con 6 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

20 La fig. 2 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con 8 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

La fig. 3 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con 10 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

25 La fig. 4 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con la capa de prerrevestimiento B (1,0 PPH de capa de prerrevestimiento basada en aceite de linaza) y 6 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

30 La fig. 5 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con la capa de prerrevestimiento B (1,0 PPH de capa de prerrevestimiento basada en aceite de linaza) y 8 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

35 La fig. 6 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con la capa de prerrevestimiento B (1,0 PPH de capa de prerrevestimiento basada en aceite de linaza) y 10 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

La fig. 7 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con la capa de prerrevestimiento C (0,5 PPH de capa de prerrevestimiento basada en aceite de linaza) y 6 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

40 La fig. 8 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con la capa de prerrevestimiento C (0,5 PPH de capa de prerrevestimiento basada en aceite de linaza) y 8 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

45 La fig. 9 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para gránulos de nutriente que tienen una esfericidad relativamente baja que fueron cubiertos con la capa de prerrevestimiento C (0,5 PPH de capa de prerrevestimiento basada en aceite de linaza) y 10 PPH de una capa de encapsulación de polímero;

50 La fig. 10 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para sustrato de Norsk (tamizado +6, que tiene una esfericidad de aproximadamente 80%) cubierto con 6 PPH de una capa de encapsulación de polímero; y,

La fig. 11 es una representación gráfica de la liberación integral (en tanto por ciento de nitrógeno total) de un nutriente (nitrógeno) frente al tiempo (en horas) para sustrato de Norsk (tamizado +6, que tiene una esfericidad de aproximadamente 80%) con capa de prerrevestimiento C (0,5 PPH de capa de prerrevestimiento basada en aceite de linaza) y 5,5 PPH de una capa de encapsulación de polímero.

### Descripción detallada

La invención contempla tanto un nuevo producto fertilizante como un nuevo procedimiento para fabricar tal producto. En general, las partículas de fertilizante están fabricadas de un núcleo de nutrientes, una capa de prerrevestimiento y una capa de revestimiento externa o de encapsulación. El núcleo puede ser NPK estándar o gránulos de fertilizante como es bien conocido en la técnica y están comercialmente disponibles en Norsk Hydro, Kemira y otras empresas. Alternativamente, también pueden usarse núcleos de otros nutrientes comunes (por ejemplo, urea). Además, el núcleo puede incluir uno o más nutrientes secundarios tales como calcio, magnesio y azufre o micronutrientes tales como hierro, cobre, zinc, manganeso, boro y molibdeno.

Aunque la invención funcionará con gránulos relativamente esféricos que tengan superficies relativamente lisas, el uso de la invención tiene su mayor impacto cuando se fabrican fertilizantes de liberación controlada de gránulos irregularmente conformados o aquellos con superficies que contengan agujeros, imperfecciones, grietas y hendiduras. Un ejemplo del núcleo de nutriente relativamente liso serían los fertilizantes complejos NPK de Norsk. Los gránulos de nutrientes con un número relativamente mayor de discontinuidades e imperfecciones superficiales tienden a ser menos caros, están comercialmente disponibles y, en general, tienen una esfericidad de 50% o menos. Por tanto, para el núcleo de nutrientes puede usarse un material de baja esfericidad, relativamente barato.

El ensayo de esfericidad empleado en la presente memoria para los fines de determinar la esfericidad del producto y de las partículas materia prima es similar al descrito por Carpenter y Deitz (Research Paper 2238, 3, of Res. Of the NBS 41(37), septiembre 1951). En particular, el ensayo de esfericidad empleado en la presente memoria para los fines de determinar la esfericidad del producto y de las partículas materia prima usó un dispositivo que consistía en una placa giratoria de 45,72 cm de diámetro, montada en un ángulo de 10 grados con la horizontal. Esta placa giratoria se hace rotar a 2 RPM. Las partículas se alimentan desde un dispositivo de alimentación vibratorio. Las partículas sobre el lado izquierdo inferior de la placa giratoria, aproximadamente a 12,7 cm del centro, 45 grados de la perpendicular. La caída de las partículas es preferiblemente de 6,35 mm o menos.

Aproximadamente, se alimentan lentamente 100 g de partículas de nutriente sobre la placa giratoria en rotación. Las partículas esféricas ruedan hacia fuera de la placa giratoria hacia una cazoleta de colección. Las partículas no esféricas permanecen sobre la placa giratoria hasta un momento en el que se separan físicamente. Las dos fracciones se pesan a continuación para determinar el porcentaje de esféricas.

La capa de prerrevestimiento es preferiblemente una mezcla de aceite de linaza bruto y arcilla fina. Las capas de prerrevestimiento tienen que ser capaces de fluir sobre la superficie del sustrato y penetrar en la capa de revestimiento externa. Tienen que tener baja energía superficial y baja viscosidad. Son alternativas aceptables al aceite de linaza otros aceites orgánicos tales como aceite de soja, aceite de tung, aceites secantes modificados con dicitlopentadieno y aceites lubricantes. Pueden usarse otros aceites de viscosidad menor que 500 cps que sean compatibles con la capa de revestimiento externa si tienen una energía superficial suficientemente baja, son compatibles con el material usado como la capa de encapsulación, teniendo de este modo un impacto sobre las características de liberación. Asimismo, la capa de prerrevestimiento podría ser una resina de aceite de linaza bruto y dicitlopentadieno. Esta resina, normalmente usada como capa de revestimiento de encapsulación con aceites minerales hasta una concentración de sólidos mayor que 50%, puede aplicarse como capa de prerrevestimiento a otra dilución con aceites minerales hasta aproximadamente 40% de sólidos de resina. Preferiblemente, el agente ligante mezclado con el aceite orgánico es una arcilla fina. Las arcillas finas están comercialmente disponibles como RM-4 en Industrials Minerals Company, y Huber 90 y Polygloss 90, ambos de JM Huber Corporation. Alternativamente, en lugar de arcilla fina, o además de la misma, pueden usarse talcos, tierras de diatomeas y sílices absorbentes.

Las capas de prerrevestimiento tales como el aceite de linaza tienden a fluir a través de la capa de revestimiento externa, haciéndola blanda y susceptible a la abrasión. El uso de arcilla en una mezcla de aceite de linaza y arcilla restringe el movimiento del aceite de linaza a sólo la porción de la capa de revestimiento externa adyacente a la capa de prerrevestimiento.

Tales arcillas tienen típicamente una absorción de aceite de aproximadamente 40% o mayor, con un tamaño de partícula que tiene un mínimo de 60%, pasando a través de un tamiz número 200. Se ha encontrado que se han obtenido buenos revestimientos con capas de prerrevestimiento tales como aceite de linaza; sin embargo, cuando se usó aceite de linaza se requirió un tiempo de procesado adicional para secar la capa de revestimiento externa. Este problema se resolvió mezclando un agente secante con la capa de prerrevestimiento de aceite-arcilla. Ejemplos de agentes secantes adecuados son cobalto manganeso, manganeso, cobalto calcio, zirconio cobalto y sus mezclas.

Preferiblemente, la capa de prerrevestimiento se aplica en una proporción de 0,5 – 1,0 PPH de aceite respecto al peso del núcleo. Alternativamente, la capa de prerrevestimiento puede contener hasta 3,0 PPH de aceite. La mayor proporción de aceite en la capa de prerrevestimiento es particularmente útil para obtener características de liberación deseables para núcleos de nutrientes que tengan una esfericidad tan baja como 20%.

La capa de revestimiento externa tiene que ser compatible con la capa de prerrevestimiento y proporcionar las características de cobertura y barrera necesarias. La capa de revestimiento externa es preferiblemente un producto

5 polímero de dicitlopentadieno (“DCPD”) (que contiene aceite de linaza o una resina alquídica basada en un aceite de soja) tal como OSMOCOTE, resina comercialmente disponible en The Scotts Company. Alternativamente, como capa de revestimiento de encapsulación pueden usarse otros materiales sellantes tales como aceites secantes oleorresinosos, otros polímeros termoestables y resinas tales como poliésteres, poliamidas o poliuretanos, y resinas termoplásticas. Ejemplos más específicos son aceite de linaza o resinas alquídicas modificadas con DCPD, y resinas termoplásticas de hidrocarburos.

10 Las características de liberación beneficiosas deseadas de las composiciones de fertilizantes de la presente invención pueden conseguirse no exponiendo los materiales de la capa de prerrevestimiento a temperaturas demasiado altas para curar el aceite después de que se aplique sobre el nutriente, pero antes de que se aplique la capa de encapsulación. En la realización preferida, en la cual la temperatura de curado del aceite de linaza es similar a la de la capa de polímero de encapsulación, la capa de prerrevestimiento puede curarse simultáneamente con el material encapsulante, *in situ*, después de la aplicación de la capa de encapsulación al gránulo de nutriente. Alternativamente, puede ser posible curar la capa de prerrevestimiento después de que se aplique la capa de encapsulación, pero antes de que se cure la capa de encapsulación.

15 La capa de prerrevestimiento de aceite de linaza de la realización preferida puede aplicarse a una temperatura tan alta como 60°C sin que se efectúe un curado significativo. Se espera que la capa de revestimiento de encapsulación sea aplicada a aproximadamente 60°C o mayor. Debido a que en la realización preferida el aceite de linaza tarda más tiempo en curar que el polímero de encapsulación, el curado del aceite y de la capa de encapsulación se producirá al mismo tiempo.

20 **Ejemplo 1**

Se coloca un lote de 22,85 kg de sustrato granular de nutriente (núcleo) en el equipo de revestimiento piloto y se precalienta a 54,4-60°C durante 15 minutos antes de revestir. Las capas de prerrevestimiento se añaden a un caudal de aproximadamente 45,7 g/min a 54,4-60°C. Inmediatamente después de la adición de la capa de prerrevestimiento, la aplicación del revestimiento encapsulante se inició a aproximadamente 45,7 g por min y la temperatura del lecho se aumentó gradualmente. De vez en cuando, se incluían paradas de dos a tres minutos durante el revestimiento polímero de encapsulación para asegurar el curado de las capas iniciales de encapsulante. La temperatura final del lecho fue 85-87,8°C. Al final de la adición de líquidos, el aire de entrada se cierra, se añaden 50 mL de arcilla, el aire de entrada se reinicia y se deja que la temperatura disminuya a 71,1°C. El producto se enfría adicionalmente a 54,5°C en un mezclador de cemento.

30 Los productos producidos mediante el procedimiento anterior se analizaron según el ensayo DDR-40. Para el ensayo DDR-40, se colocaron muestras en agua a 40°C. Se suspende en 150 g de H<sub>2</sub>O una cantidad de 15 g del producto en una bolsa de nilón. Se separaron partes alícuotas de ensayo y se hizo un cambio completo de agua los días 1, 3, 7 y 10 y luego a intervalos de 3 ó 4 días hasta que la masa de nutrientes se hubo liberado. En cada intervalo de ensayo se analiza el nitrógeno (algunas veces también el potasio y el fósforo y otros nutrientes) en una parte alícuota del agua y se da como el porcentaje de nitrógeno liberado del nitrógeno total en el producto.

Tabla 1

5 PPH de resina encapsulante OSMOCOTE sobre sustrato de Norsk 21-7-14			
Expto. N°	Capa de prerrevestimiento	DDR-40 – 3 días (%) liberado)	DDR-40 – Máxima liberación (día)
Planta piloto 1	Ninguna	16	32
Planta piloto 2	1 PPH de aceite de linaza bruto	10	14
Planta de producción 1	Ninguna	21	27
Planta de producción 2	0,5 PPH de aceite de linaza bruto + arcilla	11	20

40 Para ciertos productos de liberación controlada, una liberación incremental máxima en el DDR-40 de 32 días, como muestra la composición fertilizante sin una capa de prerrevestimiento, es indeseablemente alta. Para tales productos es aceptable un 13% o menos de partículas imperfectamente revestidas que liberan en los primeros 3 días, como se refleja en los resultados del porcentaje de liberación del DDR-40 a 3 días.

En la tabla 1, los resultados del DDR-40 de la composición fertilizante n° 1 de la planta piloto, sin una capa de

prerrevestimiento, puede compararse con la composición nº 2 de la planta piloto que contiene la capa de prerrevestimiento. Adviértase la mejora en el DDR-40 – 3 días que refleja una liberación de 16% a 10% con la capa de prerrevestimiento de aceite de linaza. Asimismo, la composición con la capa de prerrevestimiento mostró una liberación máxima a los 14 días en comparación con 32 días sin la capa de prerrevestimiento. Una mejora similar se muestra en las comparaciones DDR-40 de la planta de producción para composiciones sin una capa de prerrevestimiento en comparación con composiciones que tienen una capa de prerrevestimiento de aceite de linaza-arcilla.

## Ejemplo 2

Las composiciones de tres capas de prerrevestimiento que ilustran formas de utilizar esta invención se muestran a continuación en la tabla 2.

Tabla 2

Capa de prerrevestimiento A	Capa de prerrevestimiento B	Capa de prerrevestimiento C
1,0 PPH de resina	1,0 PPH de aceite	0,5 PPH de aceite
40% de resina (75% (Arcilla RM-4 (25%)	Aceite de linaza bruto (75%) (Arcilla RM-4 (25%)	Aceite de linaza bruto (75%) (Arcilla RM-4 (25%)
Agente secante: 914-4 de Mooney Chemicals (% de agente secante húmedo respecto a sólidos de resina 7,5%)	Agente secante: 914-4 de Mooney Chemicals (% de agente secante húmedo respecto a sólidos de resina 7,5%)	Agente secante: 914-4 de Mooney Chemicals (% de agente secante húmedo respecto a sólidos de resina 7,5%)
Cobalto 3,3%	Cobalto 3,3%	Cobalto 3,3%
Manganeso 6,5%	Manganeso 6,5%	Manganeso 6,5%
Color, negro azulado	Color, negro azulado	Color, negro azulado
NVM (sólidos) 60%	NVM (sólidos) 60%	NVM (sólidos) 60%
Peso/L, kg, 0,983	Peso/L, kg, 0,983	Peso/L, kg, 0,983
Punto de inflamación, 40°C	Punto de inflamación, 40°C	Punto de inflamación, 40°C

La resina de la capa de prerrevestimiento A es una disolución de baja viscosidad de aceite de linaza modificado con DCPD después de diluir con aceites minerales, y mezclado con un absorbente y un agente de secado adecuados. La capa de prerrevestimiento se ha diluido con aceites minerales para que contenga aproximadamente un 40% de sólidos de resina. Las capas de prerrevestimiento B y C representan 1,0 PPH y 0,5 PPH, respectivamente, de aceite de linaza bruto con un absorbente y un agente de secado adecuados. El análisis de la velocidad de disolución de los productos prerrevestidos fue por ART-80 (lixiviado en agua a 80°C), se llevó a cabo similarmente como el método DDR-40 del ejemplo 1, excepto que no hubo ningún cambio de agua como se describió anteriormente para el ensayo DDR-40. Para algunos productos de liberación controlada, una liberación máxima ART-80 de 15 horas o menos es en general aceptable, y es deseable una liberación máxima ART-80 de aproximadamente 10 horas. Se usó un sustrato granular rugoso (17-10-13) que tenga un número relativamente grande de imperfecciones superficiales (esfericidad de 50% o menos). Se usaron tres pesos de revestimiento encapsulante, 6, 8 y 10 PPH para cada capa de prerrevestimiento. La velocidad de liberación ART-80 deseada da un patrón en el cual sólo se ha liberado 4% o menos del nutriente después de dos horas (cuando se usan partículas revestidas imperfectamente).

Las velocidades incrementales de liberación ART-80 para un fertilizante estándar en el cual no se usó ninguna capa de prerrevestimiento se muestran en las figuras 1-3. Las velocidades de liberación acumulativas a las dos horas son la suma de la velocidad incremental a una hora más la velocidad incremental a las dos horas. Normalmente, una alta velocidad de liberación acumulativa indica demasiadas partículas imperfectamente revestidas. La velocidad de liberación incremental para el caso de 6 PPH que lleva una capa relativamente fina de material OSMOCOTE se muestra en la figura 1. Se ha encontrado que esta composición fertilizante tiene una velocidad de liberación acumulativa de 17% a las dos horas, un resultado inaceptablemente alto. Esto sugiere que la capa de revestimiento de encapsulación no cubrió suficientemente las imperfecciones superficiales sobre muchos de los gránulos. El caso de 8 PPH, mostrado en la figura 2, también tiene una velocidad de liberación acumulativa superior a la especificación del 4% a las dos horas. Finalmente, a 10 PPH, mostrada en la figura 3, el producto está por debajo de 4% a las dos horas para partículas imperfectamente revestidas.

Las figuras 4-6 muestran los resultados ART-80 de liberación usando la capa de prerrevestimiento B, 1 PPH de

relación 3:1 de aceite de linaza a arcilla y agente secante. Usando la capa de prerrevestimiento B y 6 PPH de la capa de revestimiento de encapsulación, la liberación ART-80 a las dos horas se reduce a aproximadamente 5% (fig. 4). La liberación para el revestimiento de 8 PPH, caso de la capa de prerrevestimiento B (fig. 5), es similar a la de la capa de revestimiento más pesada, 10 PPH, caso ninguna capa de prerrevestimiento (fig. 3), y muestra una mejora en la liberación ART-80 a las dos horas de los gránulos en los que se usó 8 PPH de material OSMOCOTE sin una capa de prerrevestimiento (fig. 2). Cuando se aumenta la cantidad de capa de revestimiento de encapsulación, el pico máximo se desplaza a tiempos más largos para dar una serie de longevidad del producto (figs 4-6). La capa de prerrevestimiento B a 6 PPH de resina alcanza la liberación máxima en aproximadamente 10 horas como es normalmente el caso de algunos productos de liberación controlada.

Las figs. 7-9 muestran los resultados de las composiciones en las que 6, 8 y 10 PPH de capas de encapsulación se cubrieron con la capa de prerrevestimiento C (0,5 PPH de aceite de linaza/arcilla (relación 3:1) y agente secante). La capa de prerrevestimiento C da un resultado intermedio entre ninguna capa de prerrevestimiento y la capa de prerrevestimiento de 1 PPH. A 8 PPH, mostrado en la fig. 8, la capa de prerrevestimiento C parece reducir la cantidad de partículas imperfectamente revestidas cuando se compara con 8 PPH sin ninguna capa de prerrevestimiento (fig. 2).

Se obtuvieron beneficios similares con sustratos de Norsk que tenían superficies relativamente más lisas. Debido a la superficie lisa del comprimido de Norsk, la cantidad de aceite de linaza usada en la capa de revestimiento se redujo a 0,5 PPH (capa de prerrevestimiento C). Los datos ART-80 (liberación en horas a 80°C) se usaron con fines comparativos. Las figs 10 y 11 muestran las velocidades incrementales de liberación para el sustrato de Norsk.

El uso de la fracción de malla + 6 (partículas grandes) da lugar a una cantidad relativamente grande de comprimidos irregularmente conformados que dan demasiadas partículas imperfectamente revestidas y un período de inducción demasiado largo. La esfericidad de la fracción de malla +6 es aproximadamente 80%. Adviértase que el estándar de 6 PPH (fig. 10) de capa de encapsulación sobre este sustrato da 9% de liberación acumulativa a las 2 horas (aproximadamente el máximo deseable es 4%) y da un máximo de liberación a aproximadamente 20 horas. Esto sugiere un material residual muy largo con cantidades inaceptables de partículas imperfectamente revestidas. Usando la capa de prerrevestimiento C seguida por 5,5 PPH de capa de encapsulación (fig. 11) se reduce el porcentaje de partículas imperfectamente revestidas a menos que aproximadamente 5% a las dos horas, y la liberación máxima es a aproximadamente 13 horas.

La capa de prerrevestimiento de la presente invención consigue varios beneficios:

- 1) Pueden producirse productos de liberación más rápida sin aumentar la fracción de partículas imperfectamente revestidas, incluso cuando se usa un material núcleo menos caro. Esto permite la producción más eficiente de productos de liberación controlada.
- 2) Concentraciones de revestimiento menores (pueden fabricarse productos menos caros con tan sólo 5 PPH de resina y capa de prerrevestimiento B).
- 3) Disminución del período de inducción (velocidad de liberación mínima) que se demostró, por ejemplo, sin aceite de linaza (véase la tabla 1 y las figs. 10-11).

Aunque la invención se ha descrito en sus formas preferidas con un cierto grado de particularidad, se ha de entender que la presente descripción se ha hecho sólo a modo de ejemplo. Son evidentes numerosos cambios en los detalles de las composiciones y en las etapas operacionales del método y en los materiales utilizados sin apartarse del espíritu y el alcance de la invención, como se define en las reivindicaciones adjuntas.

**REIVINDICACIONES**

1. Un fertilizante de liberación controlada, que comprende:
  - Un núcleo granular de material nutriente;
  - Una capa de revestimiento preliminar de un aceite orgánico aplicada sobre el núcleo granular, aceite seleccionado del grupo que consiste en aceite de linaza, aceite de soja, aceite de tung, aceites secantes modificados con dicitlopentadieno, otros aceites que tengan una viscosidad menor que 500 cps que tengan una energía superficial suficientemente baja y sean compatibles con y capaces de penetrar adecuadamente en la capa de encapsulación de material polímero, y sus mezclas; y
  - Una capa de revestimiento de encapsulación de material polímero, aplicada sobre la capa de revestimiento preliminar sobre el núcleo granular;
  - Caracterizado porque el aceite orgánico de la capa de revestimiento preliminar penetra en la capa de revestimiento encapsulante de polímero.
2. El fertilizante de liberación controlada según la reivindicación 1, en el que la capa de revestimiento preliminar incluye además un agente secante.
3. El fertilizante de liberación controlada según la reivindicación 2, en el que el agente secante se selecciona del grupo que consiste en cobalto manganeso, manganeso, cobalto calcio, zirconio cobalto y sus mezclas.
4. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el núcleo se selecciona del grupo que consiste en gránulos de NPK, gránulos de fertilizante, gránulos de urea, y sus mezclas.
5. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el núcleo además contiene uno o más nutrientes secundarios y micronutrientes seleccionados del grupo que consiste en calcio, azufre, magnesio, hierro, cobre, zinc, manganeso, boro y molibdeno.
6. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la capa de revestimiento preliminar sobre el núcleo granular es una mezcla de:
  - a) Un aceite seleccionado del grupo que consiste en aceite de linaza, aceite de soja, aceite de tung, aceites secantes modificados con dicitlopentadieno, y sus mezclas, y
  - b) Un agente ligante seleccionado del grupo que consiste en arcillas finas, talcos, tierras de diatomeas, sílices absorbentes, y sus mezclas.
7. El fertilizante de liberación controlada según la reivindicación 6, en el que la capa encapsulante de polímero es un copolímero de dicitlopentadieno y una composición seleccionada del grupo que consiste en aceite de linaza, una resina alquídica basada en un aceite de soja, y sus mezclas.
8. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el fertilizante de liberación controlada se produce mediante un procedimiento que comprende las etapas de:
  - a) Aplicar el aceite orgánico sobre el núcleo de nutrientes mientras el aceite orgánico permanece sin curar;
  - b) Aplicar la capa de polímero sobre el aceite orgánico antes de que el aceite orgánico sea curado, y
  - c) Curar simultáneamente el aceite orgánico y la capa de polímero.
9. El fertilizante de liberación controlada según la reivindicación 8, en el que el aceite orgánico se aplica a aproximadamente 60°C o menos.
10. El fertilizante de liberación controlada según la reivindicación 8 ó 9, en el que el curado simultáneo se produce a aproximadamente 60°C o superior.
11. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones 1-5 y 8-10, en el que el aceite orgánico se mezcla con un agente ligante seleccionado del grupo que consiste en arcilla, talco, tierra de diatomeas, sílices absorbentes, y sus mezclas.
12. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones 8-11, en el que el aceite orgánico se mezcla además con un agente secante seleccionado del grupo que consiste en cobalto manganeso, manganeso, cobalto calcio, zirconio cobalto, y sus mezclas.

13. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el aceite es aceite de linaza bruto.
14. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes 11-13, en el que el agente ligante es un arcilla fina.
- 5 15. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la capa encapsulante de polímero escogida del grupo que consiste en aceites secantes oleorresinosos, poliésteres, poliamidas, poliuretanos, resinas termoplásticas, aceite de linaza modificado con dicitropentadieno, resinas alquídicas modificadas con dicitropentadieno, resinas termoplásticas de hidrocarburos, y sus mezclas.
- 10 16. El fertilizante de liberación controlada según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el fertilizante de liberación controlada contiene un núcleo de nutrientes, una capa de prerrevestimiento de aceite de linaza, un agente ligante y un agente secante, y una capa encapsulante de polímero que incluye dicitropentadieno, produciéndose el fertilizante mediante las etapas de:
- a) Revestir el núcleo con la capa de prerrevestimiento a aproximadamente 60°C o menos mientras el aceite de linaza permanece sin curar;
- 15 b) Encapsular la capa de prerrevestimiento con la capa de polímero; y
- c) Curar simultáneamente la capa de prerrevestimiento y la capa encapsulante de polímero a aproximadamente 60°C o superior.
17. Un procedimiento para fabricar un fertilizante de liberación controlada utilizando un núcleo de nutrientes, procedimiento que consiste en las etapas de:
- 20 a) Prerrevestir el núcleo de nutrientes con un aceite, aceite seleccionado del grupo que consiste en aceite de linaza, aceite de soja, aceite de tung, aceites secantes modificados con dicitropentadieno, otros aceites que tengan una viscosidad menor que 500 cps que tengan una energía superficial suficientemente baja y sean compatibles con y capaces de penetrar adecuadamente en la capa de encapsulación de material polímero de la siguiente etapa b), y sus mezclas;
- 25 b) Aplicar una capa de encapsulación de material polímero sobre el núcleo nutriente prerrevestido;
- Caracterizado porque la capa de polímero se aplica antes de que la capa de prerrevestimiento se cure y mientras el aceite permanece sin curar; y curar la capa de prerrevestimiento después de la aplicación de la capa encapsulante.
- 30 18. El procedimiento según la reivindicación 17, en el que la mezcla de prerrevestimiento comprende además un agente ligante seleccionado del grupo que consiste en arcilla fina, talco, tierras de diatomeas, sílices absorbentes, y sus mezclas, y un agente secante seleccionado del grupo que consiste en cobalto manganeso, manganeso, cobalto calcio, zirconio cobalto, y sus mezclas.
- 35 19. El procedimiento según la reivindicación 17 ó 18, en el que la capa de prerrevestimiento y la capa encapsulante se curan simultáneamente.
20. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 17-19, en el que la capa de prerrevestimiento se expone a temperaturas de 60°C o menos antes de la aplicación de la capa encapsulante.
21. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 17-20, en el que el curado se consigue mediante la exposición a una temperatura de aproximadamente 60°C o más.
- 40 22. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 17-21, en el que la capa de prerrevestimiento se aplica en el intervalo de 0,5 a 3,0 partes por cien partes del peso del núcleo de nutrientes.
23. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 17-22, en el que la capa de encapsulación se aplica en el intervalo de cinco a diez partes por cien partes del peso del núcleo de nutrientes.
- 45 24. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 17-23, procedimiento que consiste en las etapas de:
- a) Prerrevestir el núcleo de nutrientes con una mezcla de aceite de linaza bruto, un agente ligante y un agente secante, aplicándose la capa de prerrevestimiento en una proporción de aproximadamente 0,5-3,0 partes por cien partes del peso del núcleo y exponiéndose a temperaturas en el intervalo de 60°C o menos mientras el aceite de linaza permanece sin curar;

## ES 2 384 225 T3

- b) Aplicar una capa de encapsulación de material polímero antes de se cure la capa de prerrevestimiento, aplicándose la capa encapsulante en una proporción de cinco a diez partes por cien partes del peso del núcleo; y
- c) Curar la capa de prerrevestimiento y la capa encapsulante a 60°C o más.

ENSAYO DE LAB ART -80

FIG. 1

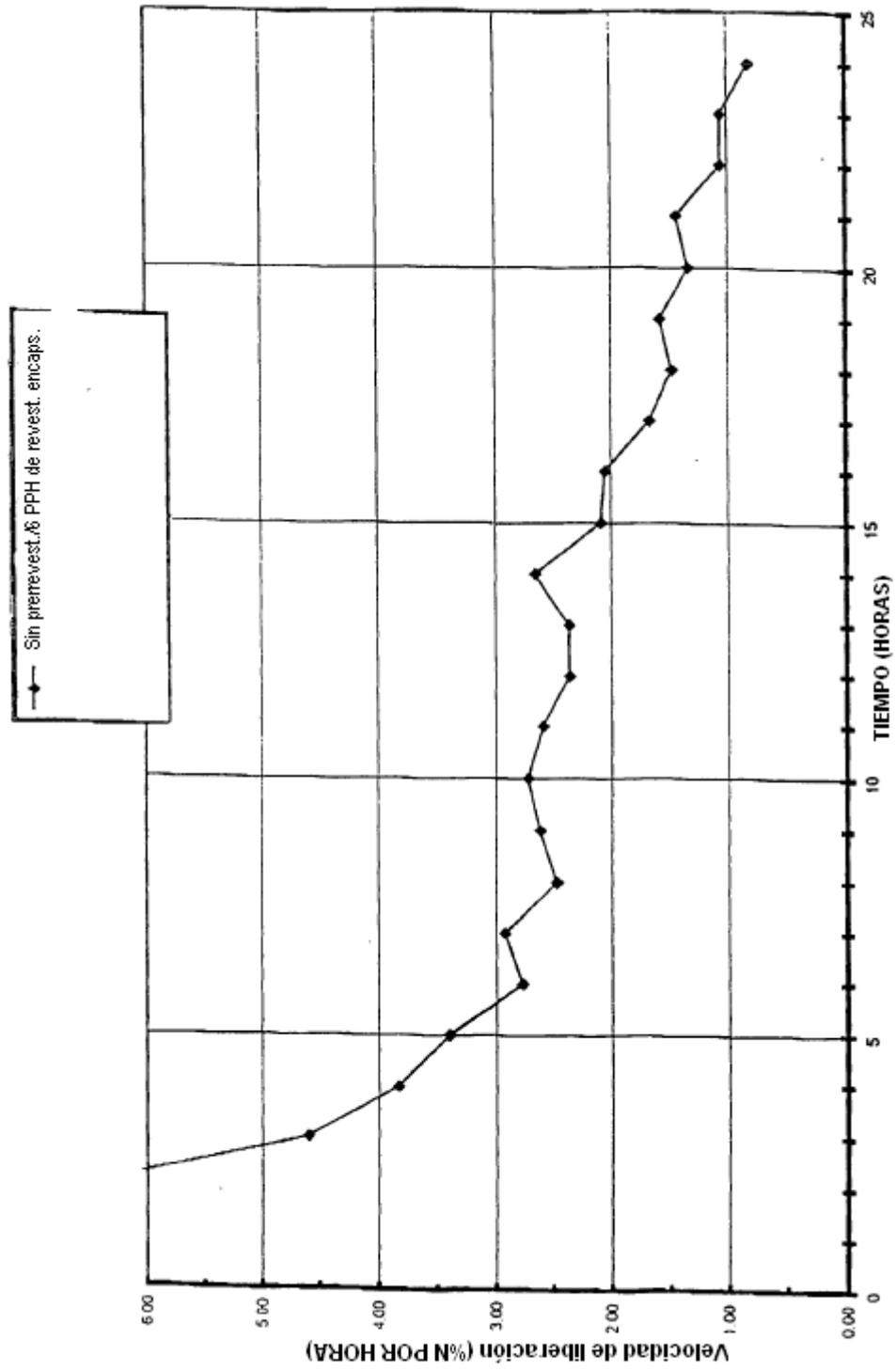
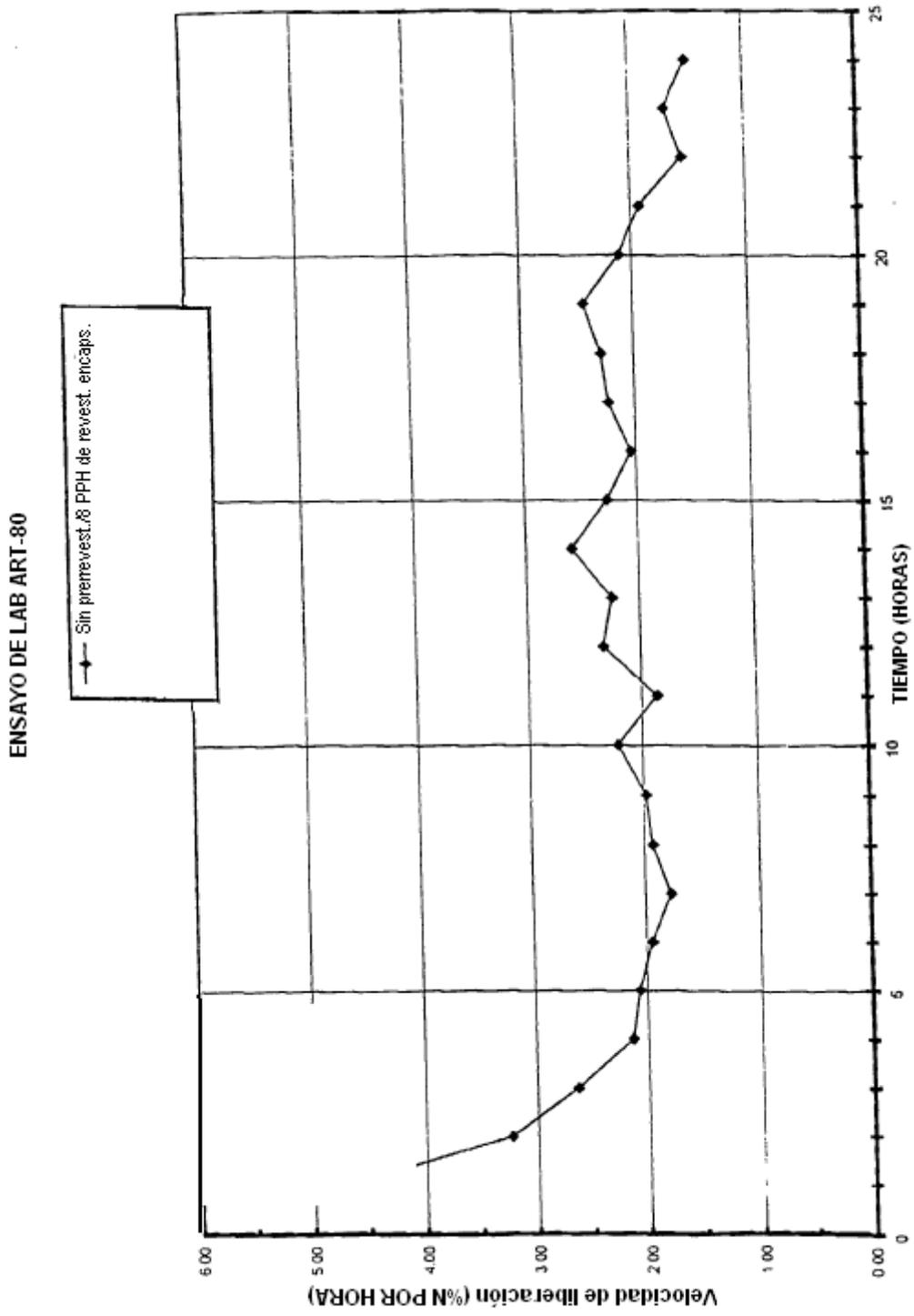
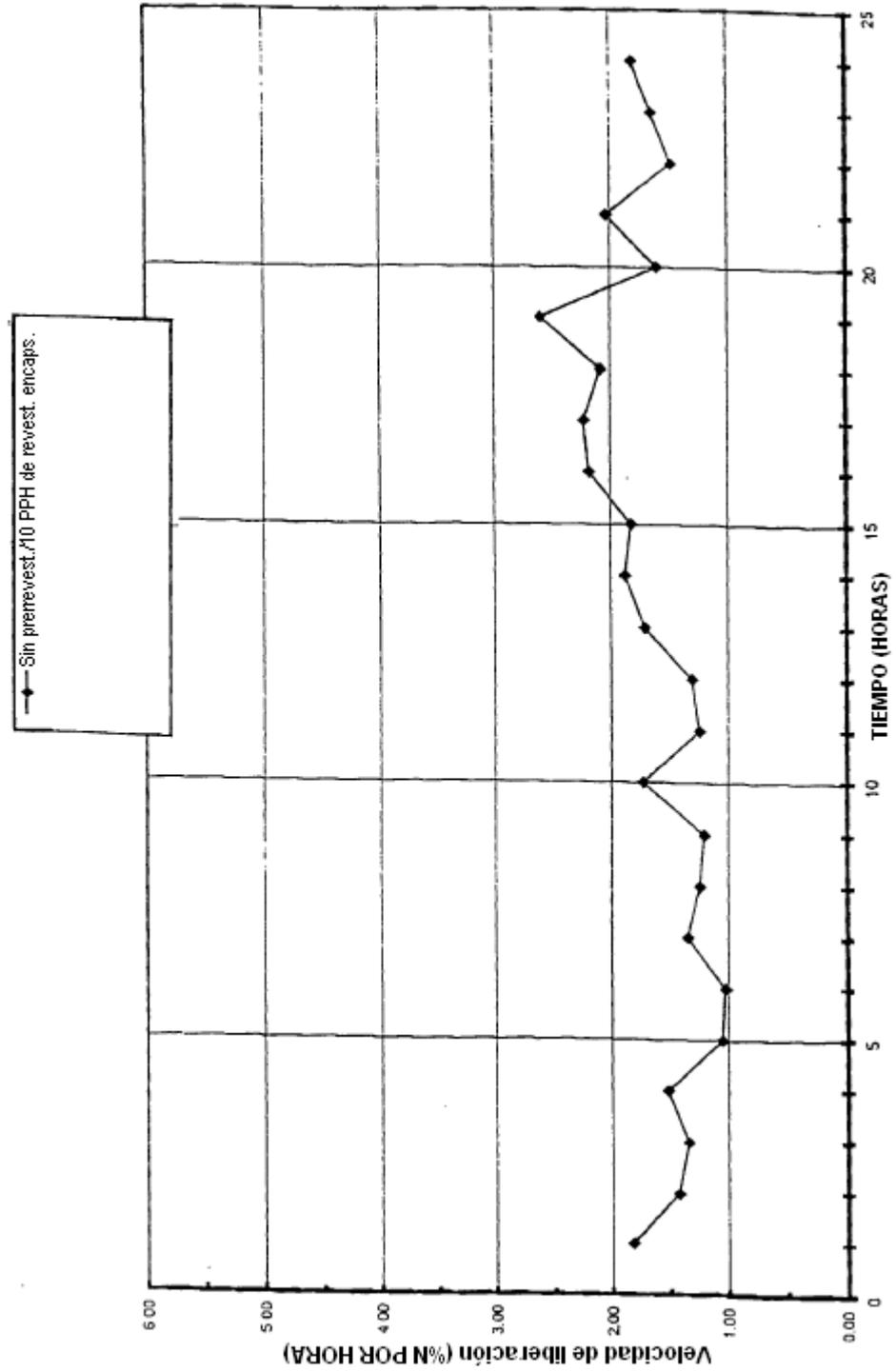


FIG 2



ENSAYO DE LAB ART -80

FIG. 3



ENSAYO DE LAB ART-80

FIG. 4

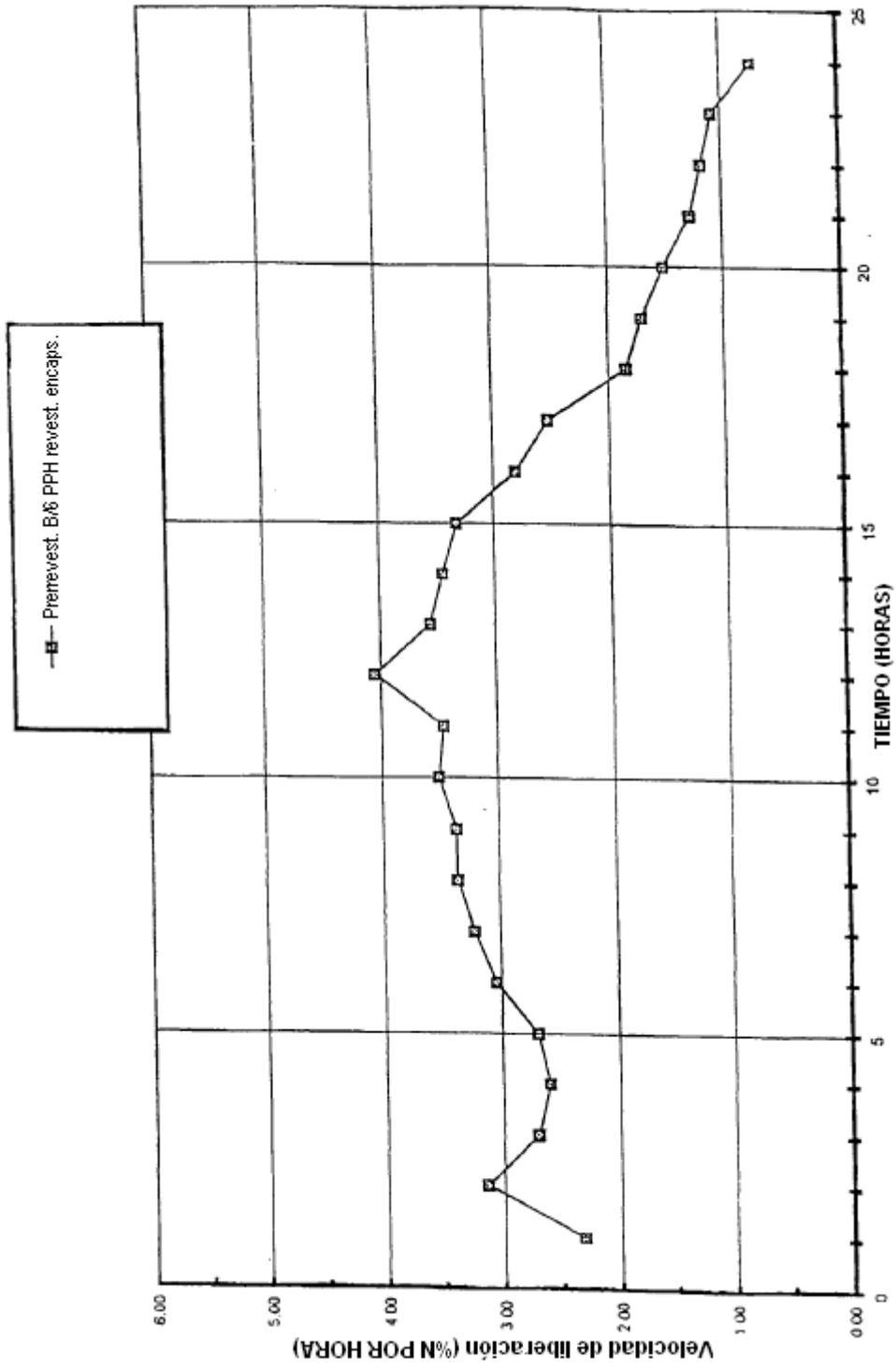


FIG. 5

ENSAYO DE LAB ART -80

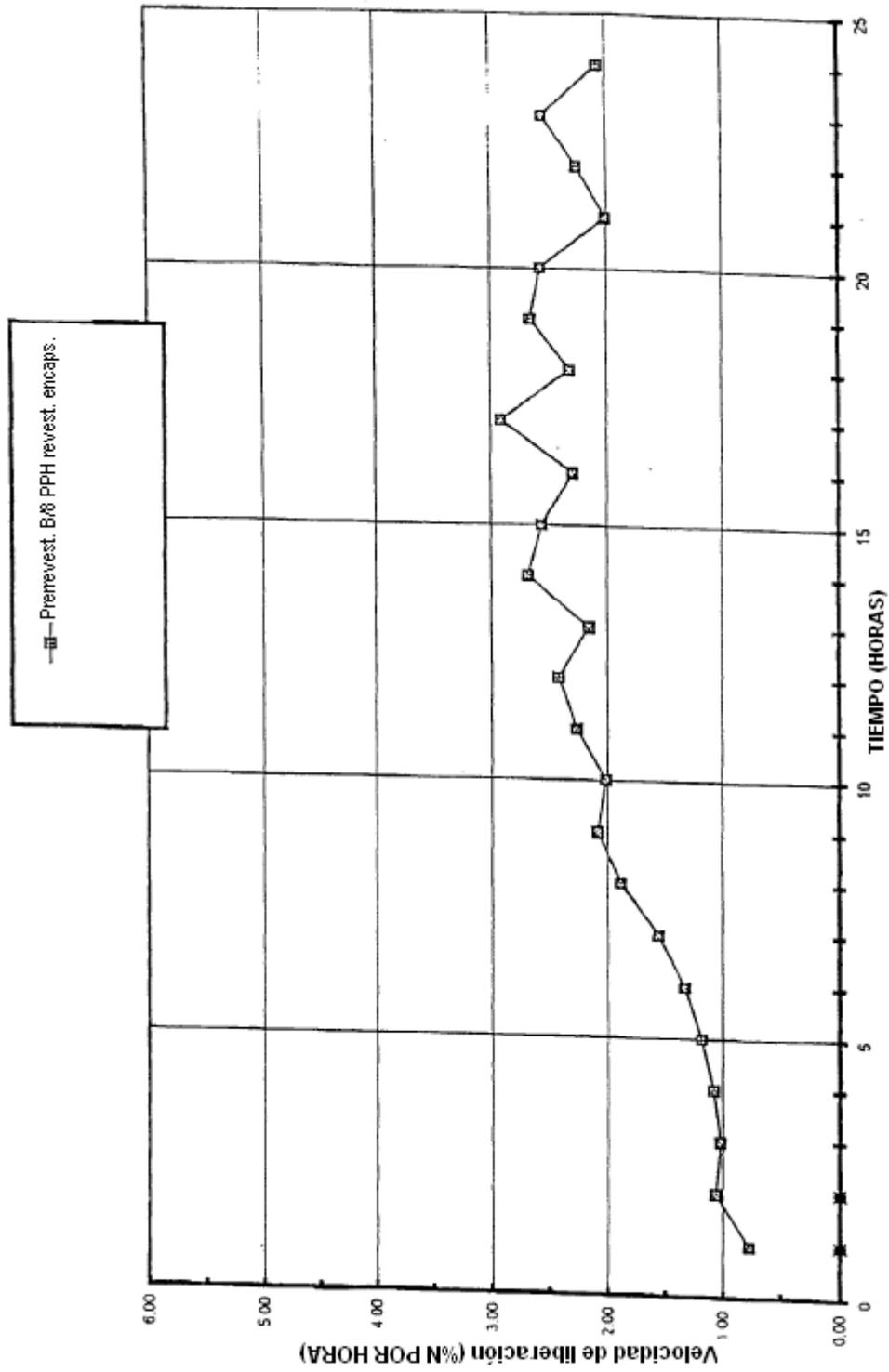
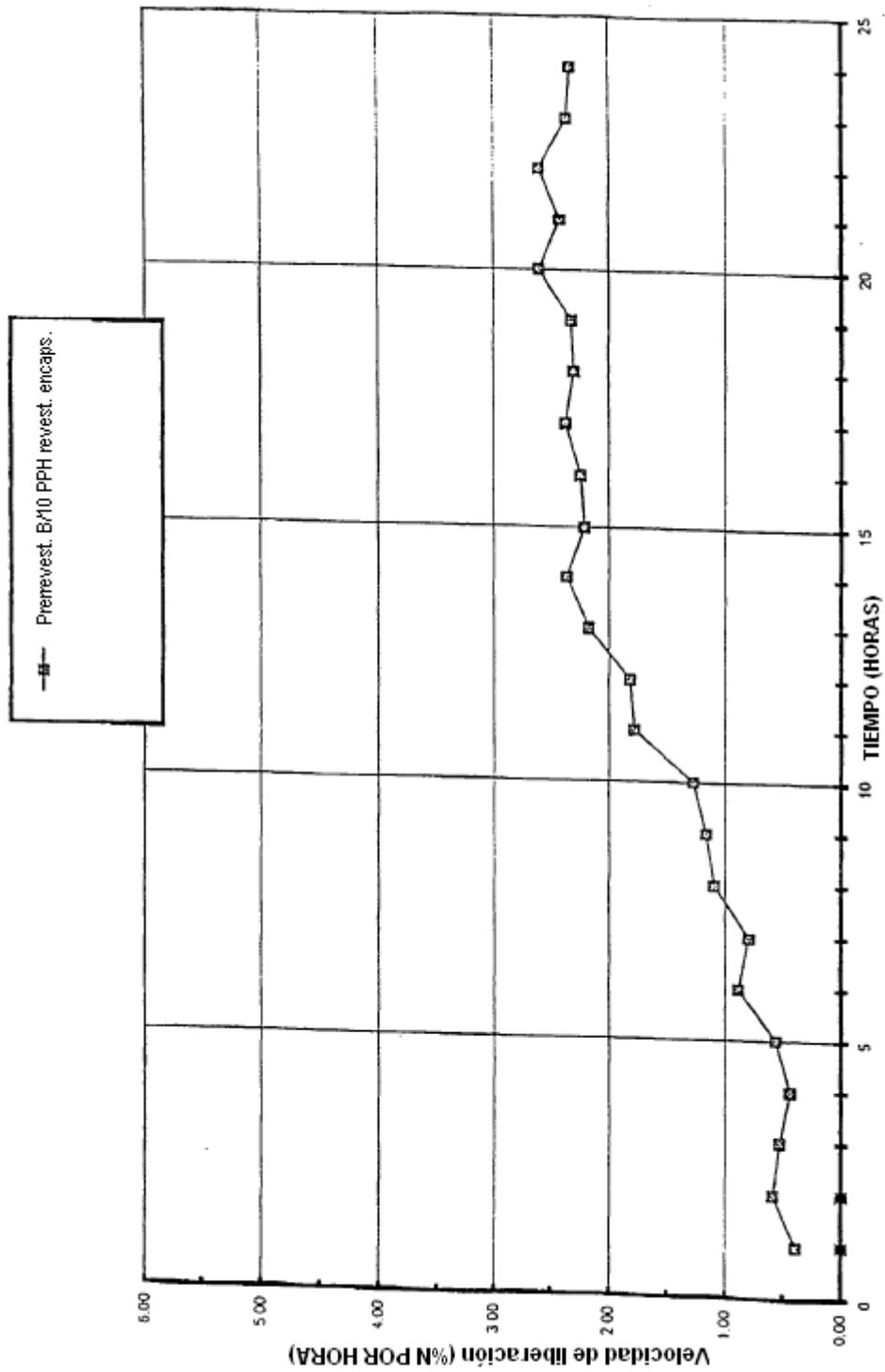


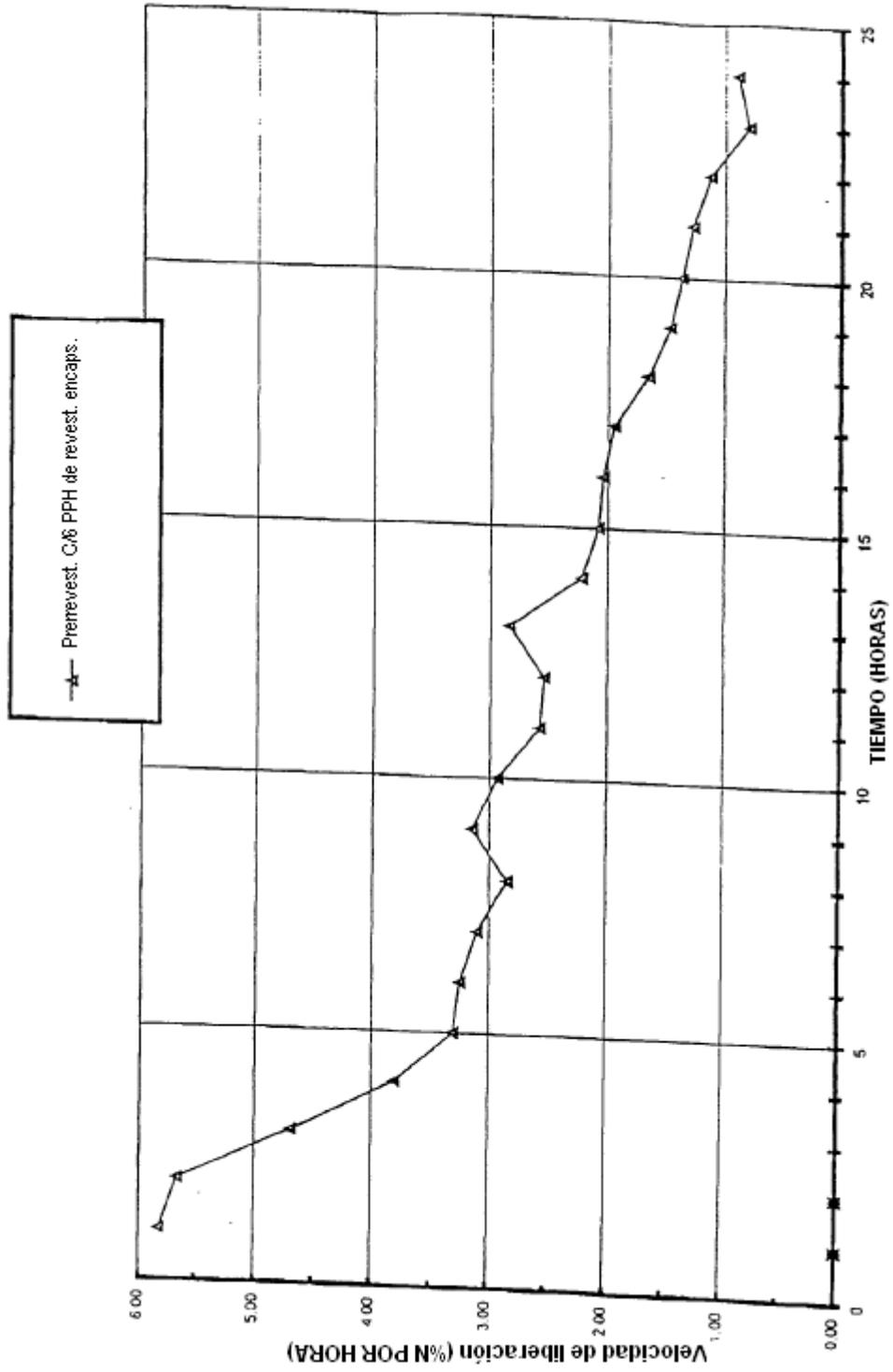
FIG. 6

ENSAYO DE LAB ART-80



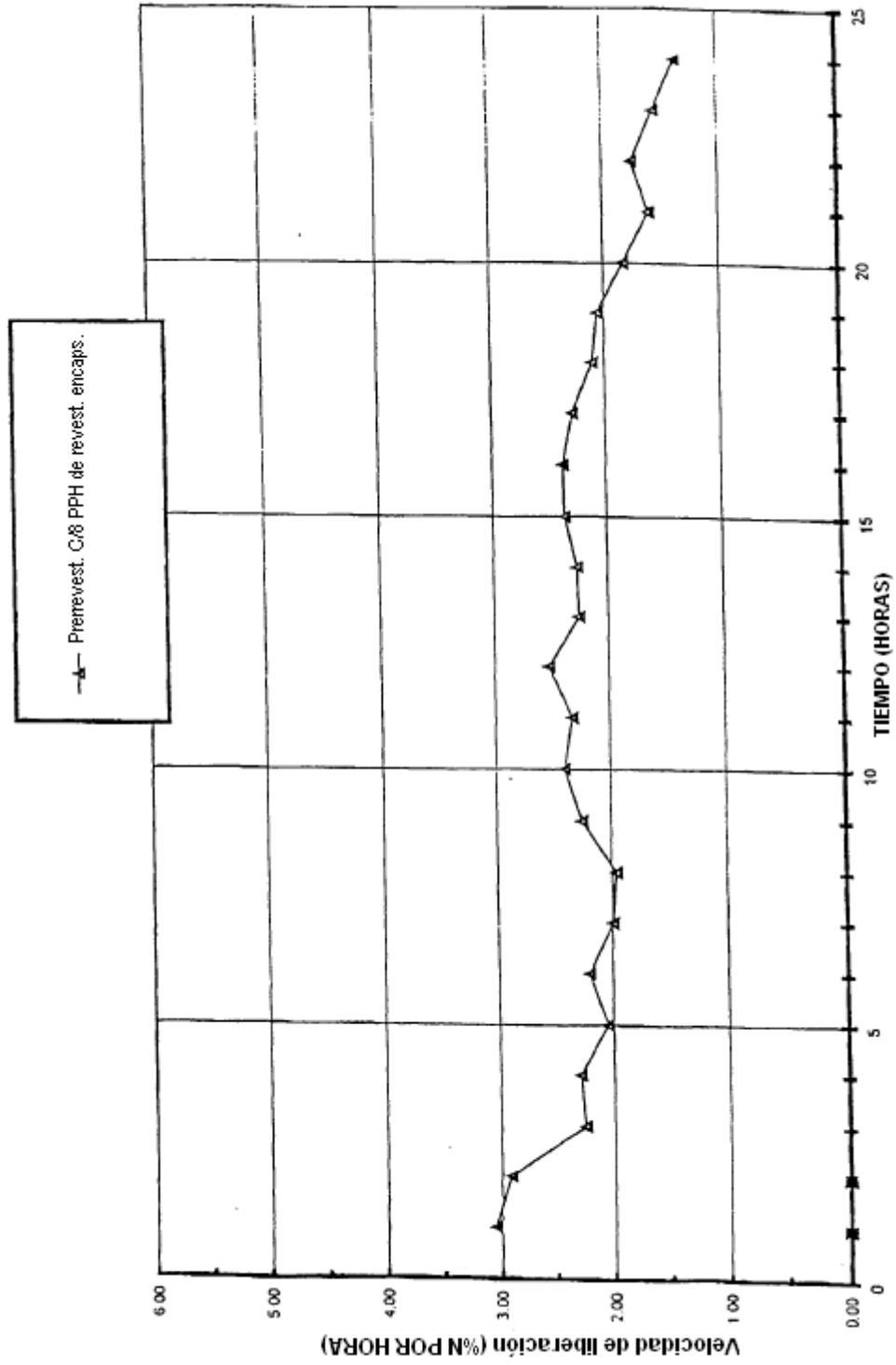
ENSAYO DE LAB ART-80

FIG. 7



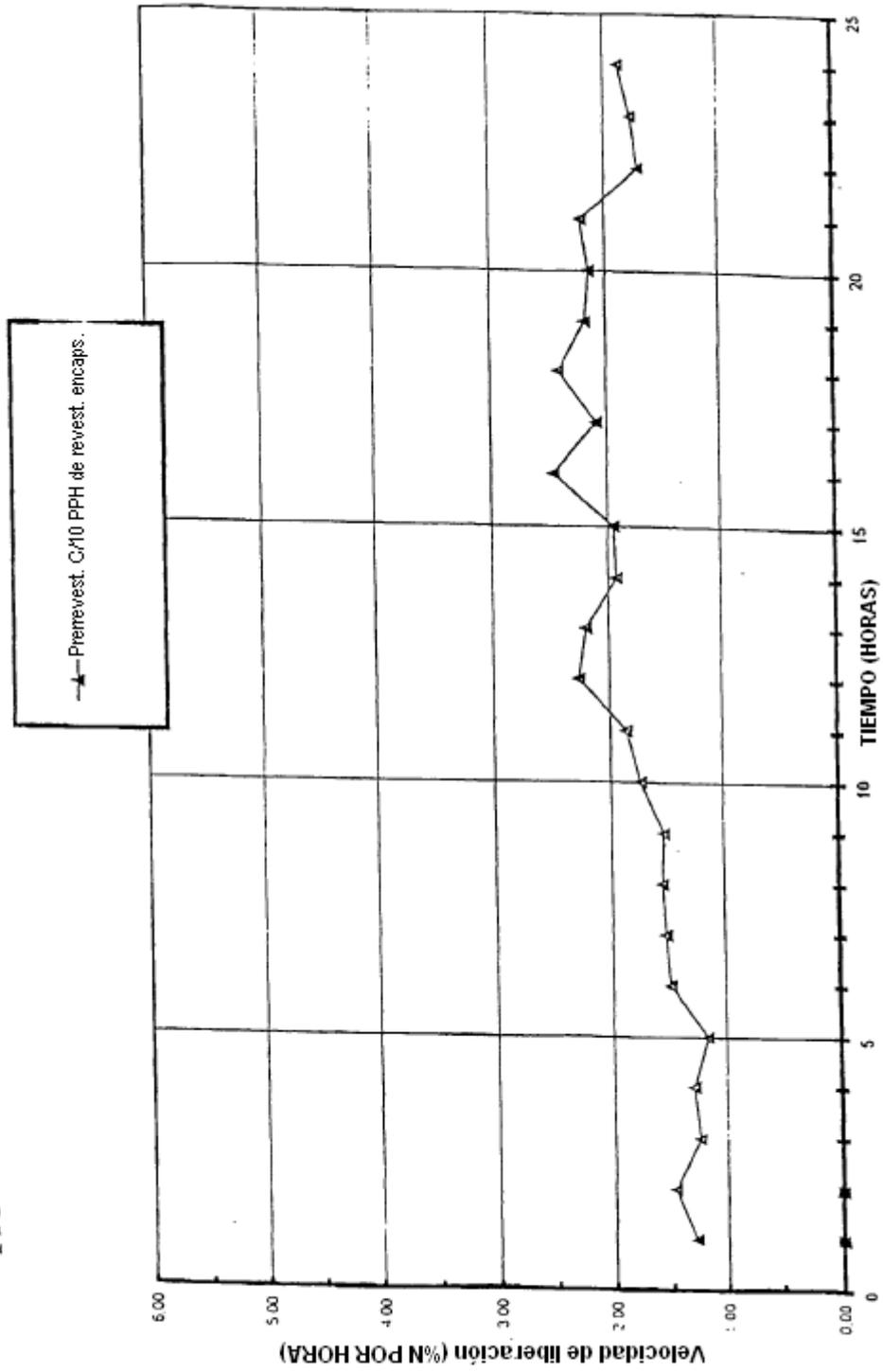
ENSAYO DE LAB ART-80

FIG. 8



ENSAYO DE LAB ART-80

FIG. 9



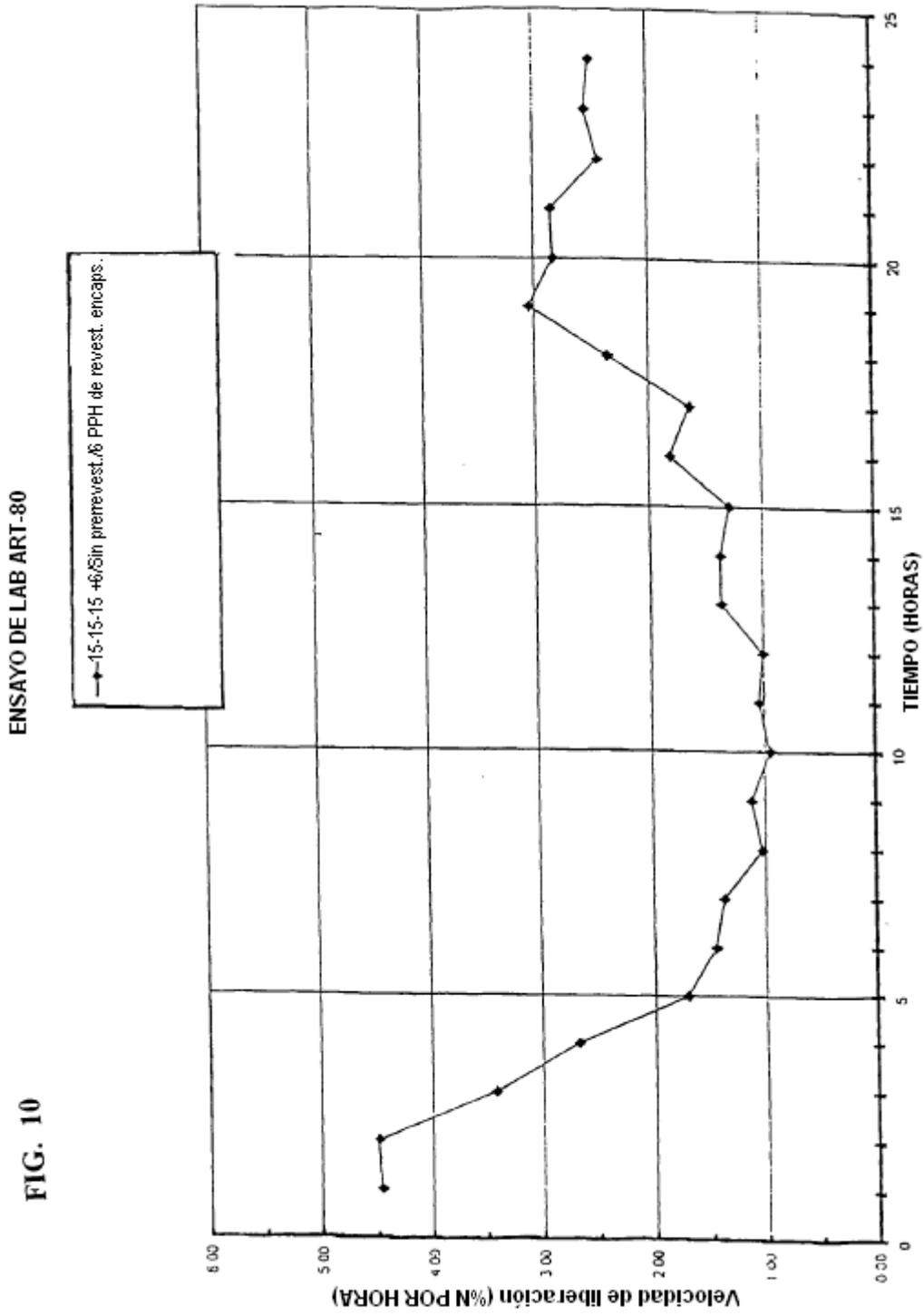


FIG. 11

ENSAYO DE LAB ART -80

