

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 689 133**

51 Int. Cl.:

**C05D 9/00** (2006.01)

**C05G 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.04.2014 PCT/FR2014/050780**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.10.2015 WO15150645**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.04.2014 E 14723459 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.07.2018 EP 3126311**

54 Título: **Producto fertilizante de liberación retardada, procedimientos de fabricación y de extensión**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**08.11.2018**

73 Titular/es:

**AGRO INNOVATION INTERNATIONAL (100.0%)  
18 avenue Franklin Roosevelt  
35400 Saint-Malo, FR**

72 Inventor/es:

**ALIS, YVES;  
BLANDIN, ANNE-FRANÇOISE;  
ERRO, JAVIER;  
GARCIA-MINA, JOSÉ-MARIA;  
JACQUOT, VINCENT;  
URRUTIA, OSCAR;  
YVIN, JEAN-CLAUDE y  
ZABINI, ANDRÉ**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 689 133 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**

Producto fertilizante de liberación retardada, procedimientos de fabricación y de extensión

5 La presente invención se refiere a un producto fertilizante cuyo perfil de liberación en el suelo mediante disolución progresiva está especialmente bien adaptado a los climas de pluviometría intensa así como a los climas de pluviometría alta. La invención tiene también por objeto un procedimiento de fabricación de un abono de ese tipo que aplica una etapa de granulación y una etapa de revestimiento.

10 **Antecedentes tecnológicos**

Los abonos inorgánicos suelen ser muy solubles en agua, y tienen el riesgo de lixiviarse rápidamente al suelo por las lluvias o el riego antes de que la planta pueda absorberlos.

15 De hecho, es difícil mantener el efecto de un abono durante un periodo relativamente prolongado debido a la pérdida de nutrientes del abono por lixiviación. Además, los cultivos tienen tendencia a dañarse debido a la liberación rápida de una cantidad demasiado elevada de elementos nutrientes o de sales disueltas.

20 En consecuencia, se buscan abonos de liberación lenta para disminuir la pérdida de elementos nutrientes de los abonos expuestos a grandes cantidades de agua.

A tal fin, se ha propuesto recubrir los abonos granulares con revestimientos orgánicos (resinas, aceites) y/o inorgánicos (talco, cemento, tierra de diatomeas).

25 Se ha descrito, por ejemplo en la patente US 5 630 861, el recubrimiento de abonos con una mezcla de cemento magnésico y aceite. Los cristales previamente encapsulados en un cemento magnésico se aglomeran mediante granulación/compresión o peletización conjunta de los cristales encapsulados con la misma solución de cemento magnésico. Los aglomerados obtenidos se vuelven a recubrir con la misma solución de cemento magnésico y aceite.

30 En la solicitud de patente WO 2011/0126602, partículas de urea se recubren mediante pulverización de una dispersión acuosa de una resina alquídica modificada con uretano, después con un polvo de talco, carbonato de calcio o tierra de diatomeas de menos de 5 micrómetros de diámetro. La patente KR 100 568 467 B1 divulga un abono recubierto con una capa doble de polímero y de cemento. La primera capa está compuesta por un polímero seleccionado entre los poliacrílicos, estireno-butadieno y los acetatos de vinilileno. Tras la aplicación de la primera  
35 capa de polímero, es ta se seca, después se aplica una segunda capa de cemento (Portland, escoria de horno).

Las solicitudes US 5 897 946 A1, WO 02/076718 A1 y GB 1 435 678 A divulgan abono de liberación controlada que comprenden una doble capa de cemento y de polímero. Sin embargo, los inventores han descubierto que una  
40 segunda capa formada por talco según la enseñanza de este documento no permite retrasar eficazmente la liberación de un abono a base de potasio, especialmente cuando el suelo está sometido a precipitaciones intensas.

La patente US 4 023 955 ha propuesto un recubrimiento de urea mediante cemento hidratado para mejorar la adherencia del recubrimiento sobre el abono. La capa de cemento se recubre con una fina capa de látex para evitar  
45 la aglomeración de las partículas revestidas de cemento que son muy higroscópicas.

Sigue existiendo, sin embargo, la necesidad de desarrollar productos fertilizantes de liberación retardada, especialmente adaptados a las regiones donde los suelos están sometidos a lixiviación importante debido a las precipitaciones abundantes o intensas. Los productos fertilizantes de liberación progresiva permiten adaptar la  
50 cantidad de nutrientes a la demanda nutritiva de la planta, y evitar los picos de concentración de nutrientes muy elevados en el suelo en caso de pluviometría alta.

**Sumario de la invención**

55 La presente invención se basa en las propiedades de disolución en agua de algunas resinas, que resultan ser candidatos especialmente bien adaptados para el recubrimiento de abonos para modular su puesta a disposición de la planta según el volumen de las precipitaciones.

Según un primer aspecto, el abono de liberación retardada comprende una primera capa de resina, y una segunda  
60 capa de cemento, preferentemente no hidratado.

65 Por "liberación retardada", en el sentido de la invención, se entiende que el perfil de disolución en agua, en una columna de suelo o en el suelo del abono recubierto, está modificado con respecto al perfil de disolución del mismo abono no recubierto. Más concretamente, la velocidad de disolución del abono de la invención se ha ralentizado mediante el recubrimiento, y la puesta a disposición de los elementos nutrientes del suelo se controla y se modifica, incluso se prolonga en el tiempo. Además, la liberación de los elementos nutrientes en el agua puede retrasarse en el tiempo, ya que cantidades significativas del abono solamente se liberan después de un determinado tiempo a

partir del inicio de la exposición del abono a un medio acuoso. Para terminar, la liberación del abono de la invención se puede modular ventajosamente en función de las condiciones meteorológicas, especialmente según el volumen y/o el caudal de las precipitaciones.

- 5 La resina se aplica en la superficie de las partículas del abono, preferentemente a partir de una dispersión acuosa de resina.

De acuerdo con una realización particular, el abono comprende una sal de potasio, y está recubierto de una primera capa que comprende la resina polimérica, después de una segunda capa compuesta por un cemento, preferentemente no hidratado.

### Resina

15 La resina tiene la ventaja de degradarse en el suelo y transformarse en fragmentos biodegradables. Tiene también la ventaja de poder adaptar el efecto de control o retraso de liberación de los abonos, dependiendo de las condiciones ambientales y en particular de la pluviometría.

La resina utilizada para recubrir el abono está preferentemente en forma de una dispersión acuosa que contiene, por ejemplo, entre 20 y 40% en peso de agua, y opcionalmente, otro disolvente tal como un glicol.

20 En el sentido de la invención, por "dispersión" se entiende una dispersión en el sentido estricto de partículas de resina en agua, así como una emulsión que contiene partículas de resina dispersadas en el agua mediante un tensioactivo. Los términos dispersión y emulsión se pueden utilizar indistintamente en lo sucesivo de la presente descripción.

25 La resina se puede seleccionar entre los polisacáridos y poliésteres obtenidos a partir de los triglicéridos naturales insaturados.

30 Por ejemplo, se selecciona un polisacárido entre el grupo compuesto por celulosa y sus derivados esterificados (metilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, etilcelulosa), almidones y sus derivados, pectinas y sus derivados metilados y de gomas tales como los carragenatos, alginatos, agar, goma arábica, goma xantana, pululano, goma gelano y los quitosanos.

35 La resina también se puede obtener a partir de un aceite vegetal y de un compuesto seleccionado entre los monómeros vinílicos, los ácidos policarboxílicos y los anhídridos.

Entre los anhídridos, se puede citar el anhídrido maleico y el anhídrido ftálico. Entre los ácidos policarboxílicos, se citará el ácido cítrico, el ácido succínico y el ácido poliláctico.

40 Como aceite vegetal o triglicérido natural insaturado, se pueden citar el aceite de ricino, aceite de palma, aceite de maíz, aceite de soja, aceite de colza, aceite de girasol, aceite de semillas de sésamo, aceite de araquís, aceite de cártamo, aceite de oliva, aceite de semillas de algodón, aceite de lino, aceite de nuez, y aceite de atún y sus mezclas.

45 El aceite vegetal se puede modificar por oxidación (aceite vegetal epoxidado) o por reacción con ácido acrílico o anhídrido maleico. Así, el aceite vegetal modificado se puede seleccionar entre el aceite de soja epoxidado, aceite de soja maleinizado, aceite de soja de base acrílica, aceite de lino epoxidado, aceite de lino maleinizado, aceite de lino de base acrílica epoxidada, aceite de ricino epoxidado, aceite de ricino maleinizado y aceite de ricino a base de acrílico.

50 De acuerdo con una primera realización, la resina puede ser un poliéster ramificado obtenido por reacción de copolicondensación de un monómero vinílico tal como estireno modificado con un aceite vegetal, en presencia de una amina o una solución amoniacal para neutralizar los grupos ácidos durante la reacción de polimerización y permitir la incorporación del polímero al agua. La amina se puede seleccionar entre trietilamina, N,N-dimetiletanolamina, trimetilamina, etanolamina, N,N-dietiletanolamina, N-metiletanolamina, N-metiletanolamina, monoisopropanolamina, butanolamina, etilendiamina, dietilamina y análogos.

55 El monómero vinílico se puede seleccionar entre los monómeros (met)acrílicos y sus ésteres, el estireno y sus derivados alquilados, los éteres de vinilo, y sus mezclas. Por ejemplo, se utilizan el estireno o un derivado (met)acrílico.

De acuerdo con una segunda realización, la resina puede ser un poliéster obtenido por la reacción de un monómero met(acrílico) tal como el ácido acrílico, con un aceite vegetal epoxidado, opcionalmente en presencia de un glicol.

65 Entre los glicoles, se citará el etilenglicol, el propilenglicol o el butilenglicol.

De acuerdo con una realización particular, la resina se obtiene a partir de la mezcla de las materias primas siguientes: aceite de ricino, aceite de soja, aceite de lino, y ácido acrílico o estireno.

5 De acuerdo con otra realización particular, la resina es una resina de poliéster que se puede obtener por reacción de al menos un poliol con un ácido policarboxílico o un anhídrido, opcionalmente en presencia de un compuesto vinílico tal como se describe anteriormente o de un aceite vegetal.

10 El poliol se puede seleccionar entre glicerina, trimetilolpropano, dietilenglicol, sacáridos tales como el pentaeritritol, sorbitol y manitol, etilenglicol, neopentilglicol, 1,4-butanodiol, le 1,6-hexanodiol, propilenglicol, 1,3-butilenglicol, pentanodiol, dipropilenglicol, trietilenglicol, trimetiletano, metilglucósido, dipentaeritritol, y sorbitol o una mezcla de los mismos.

15 Por ejemplo, el ácido policarboxílico o el anhídrido se seleccionan, por ejemplo, entre el ácido maleico, anhídrido maleico, ácido fumárico, ácido caproico, ácido cáprico, ácido adípico, ácido benzoico, ácido ftálico, anhídrido ftálico, ácido m ftálico, el ácido trimetítico y sus mezclas. Se prefiere un anhídrido ácido aromático.

20 La resina utilizada para recubrir el abono está preferentemente en forma de una dispersión acuosa que contiene, por ejemplo, entre 20 y 40% en peso de agua, y opcionalmente, otro disolvente tal como un glicol (butilenglicol o propilenglicol, por ejemplo).

El índice de ácido de la resina está comprendido, por ejemplo, de 10 a 350 mg de KOH/g de resina, preferentemente 20 a 200 mg de KOH/g de resina. En una realización, el índice está comprendido de 30 a 80 mg de KOH/g de resina, o de 40 a 70 mg de KOH/g de resina.

25 La resina puede tener un peso molecular medio en peso (Mw) comprendido en un intervalo de 1.000 à 5.000.000 Dalton, por ejemplo, de 3.000 a 1.000.000 Dalton, o de 5.000 a 500.000 Dalton.

### **Cemento**

30 Por "cemento", en el sentido de la invención, se entiende una mezcla de silicatos y aluminatos de calcio, resultante de la combinación de cal (CaO) con sílice (SiO<sub>2</sub>), alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), y óxido de hierro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). La cal se puede suministrar por rocas calcáreas, mientras que la alúmina, la sílice y el óxido de hierro pueden proceder de arcillas. Los cementos magnésicos a base de óxido de magnesio quedan excluidos de esta definición.

35 El cemento puede no estar hidratado en el sentido de que contiene solamente trazas de agua muy pequeñas; por ejemplo, no se añade agua durante la etapa de recubrimiento con el cemento.

40 Preferentemente, el cemento se selecciona entre cementos Portland, cementos compuestos, cemento aluminoso, o una mezcla que comprende uno de los diferentes tipos de cementos citados anteriormente.

Según la norma EN 197-1, un cemento compuesto comprende un cemento Portland y uno o varios materiales alternativos tales como cenizas volantes de silicio y calcio, escoria de alto horno, puzolana natural, sintética calcinada, sílice pirolizada, relleno calcáreo o esquistos calcinados, o metacaolín.

45 En siderurgia, el escombros es un producto de la metalurgia que contienen óxidos metálicos, fundamentalmente silicatos, aluminatos y cal, que se forman durante la fusión o elaboración de metales por vía líquida.

50 Las puzolanas son compuestos del tipo aluminosilicato o sílices o aluminosilicatos cálcicos como las arcillas calcinadas, las puzolanas naturales o sintéticas calcinadas, las cenizas volcánicas naturales o calcinadas, los caolines, los metacaolines, las cenizas volantes de centrales térmicas, las cenizas volantes de biomasa, sílices pirolizadas, harinas de cuarzo, cenizas de salvado de arroz, escorias de altos hornos, los compuestos completamente amorfos tales como los vidrios sodiocálcicos triturados con alto contenido en sílice, polvo de vidrio, las cenizas volcánicas naturales o calcinadas.

55 Por "cemento Portland o cemento de mezcla", se designa de forma no diferenciada cualquier cemento según la norma EN 197-1:2000. Todas las combinaciones de cementos citados en la norma EN 197-1:2000 son igualmente posibles para preparar el cemento de la invención. Preferentemente, el cemento Portland se selecciona entre al menos uno de los cementos siguientes: un cemento Portland CEM I 52.5 N y R (norma EN 197-1:2000), y un cemento Portland CEM I 42.5 N y R (norma EN 197-1:2000), cemento Portland CEM I 32.5 N y R, y un cemento de mezcla de tipo CEM II, III, IV o V, por ejemplo un cemento de tipo CEM II /B-M, de tipo CEM II-Z-32,.

65 En Brasil, los cementos Portland se clasifican en once categorías: Cemento Portland común (CP I), Cemento Portland compuesto (CP II) con escoria (CP II-E), puzolana (CP II-Z) o X (CP II-F), Cemento Portland de alto horno (CP III), Cemento Portland puzolánico (CP IV), cemento Portland de elevada resistencia inicial (CP V-ARI), cemento Portland resistente a sulfatos (RS), cemento Portland de bajo calor de hidratación (BC), y Cemento Portland blanco (CPB). El cemento utilizado en el marco de la invención puede ser un cemento CPB-40, un cemento CEM IV-32 o

CEM V-ARI o CP-V-ARI RS.

En una realización particular, el cemento es un cemento Portland de tipo CEM II /B-M (LL-V) 42.5 R CE CP2 NF, o un cemento de mezcla de tipo CEM IV-32 o CP IV-32.

5 El cemento puede ser un cemento Portland o un cemento de mezcla que contenga del 15 al 50% en peso de puzolanas.

10 El cemento puede contener ventajosamente del 70 al 80% en peso de clínker, del 10 al 15% en peso de materia calcárea, del 10 al 15% en peso de cenizas, y del 3 al 4% en peso de yeso.

15 El cemento tiene, preferentemente, un tamaño de partícula menor de 100  $\mu\text{m}$  (es decir, que al menos un 50%, preferentemente al menos un 99% en peso del cemento comprende partículas que atraviesan un tamiz de 100  $\mu\text{m}$ ) y mayor de 5 micrómetros. El cemento tiene preferentemente un tamaño medio de partícula D50 menor de 50  $\mu\text{m}$  y mayor o igual a 10  $\mu\text{m}$ .

20 El cemento de acuerdo con la invención puede tener una densidad volumétrica mayor o igual a 2,6  $\text{g}/\text{cm}^3$ , y generalmente, una densidad absoluta menor o igual de 3,2  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Su superficie específica Blaine (medida según la norma EN 196-6) es preferentemente mayor de 4000  $\text{cm}^2/\text{g}$ , preferentemente de aproximadamente 4400  $\text{cm}^2/\text{g}$  a 5200  $\text{cm}^2/\text{g}$ . La finura Blaine es, por ejemplo, de aproximadamente 4500-4600  $\text{cm}^2/\text{g}$ .

### **Producto fertilizante**

25 El producto fertilizante se puede seleccionar entre abonos y enmiendas, y de forma general, cualquier otro compuesto soluble en el agua de nutrición de las plantas.

30 Los abonos a recubrir se presentan preferentemente en forma de gránulos que se pueden obtener por compresión, esferoidización, granulación, por mezcla de este tipo de gránulos. El tamaño de los gránulos es generalmente de aproximadamente 1 a 5 mm.

Los abonos se pueden seleccionar entre los abonos simples o compuestos, binarios o ternarios.

35 Los abonos también pueden ser un abono NPK, en el sentido de que puede contener una fuente de nitrógeno y/o una fuente de fósforo y/o una fuente de potasio. El abono NPK contiene preferentemente una fuente de potasio.

40 El producto fertilizante de la invención puede contener, por ejemplo, uno o varios materiales fertilizantes seleccionados entre urea, fosfatos de amonio, sulfato de amonio, nitrato de amonio, fosfato natural, superfosfato simple, superfosfato triple, cloruro o sulfato de potasio, nitrato de magnesio, nitrato de manganeso, nitrato de cinc, nitrato de cobre, ácido fosfórico y ácido bórico.

El producto de la invención se puede presentar en forma de un producto seleccionado entre abonos radiculares, abonos foliares o también soluciones nutritivas radiculares.

45 La presente invención es de aplicación en la fertilización de una amplia variedad de plantas. Entre éstas, se citarán en concreto:

- las plantas de grandes cultivos tales como los cereales (trigo, maíz),
- las proteicas (guisantes),
- las oleaginosas (soja, girasol, colza),
- 50 - las plantas de pradera para alimentación animal,
- los cultivos especializados tales como, en particular, los cultivos azucareros (caña de azúcar, remolacha), hortícolas (lechuga, espinacas, tomate, melón), la viña, la arboricultura (café, cacao, pera, manzana, nectarina), o floricultura (rosales).

55 Mediante la expresión "planta" se pretende designar en la presente solicitud la planta considerada en su conjunto, incluido su aparato radicular, su aparato vegetativo, granos, semillas y frutos.

60 El cemento representa preferentemente del 0,5 al 9 % en peso del peso del abono no recubierto, preferentemente del 1 al 7% en peso, aún más preferentemente de 3 al 5,5% en peso.

La resina en forma de emulsión utilizada para recubrir el abono representa por ejemplo de 0,1 a 5 % del peso del abono no recubierto, preferentemente del 0,5 al 4% en peso, por ejemplo entre 1,5 y 2%

65 La relación másica entre la resina y el cemento está comprendida preferentemente entre 1/1 y 1/6, preferentemente comprendida entre 1/2 y 1/5.

**Procedimiento de fabricación**

5 La invención tiene también por objeto un procedimiento de fabricación de un producto fertilizante tal como se ha descrito anteriormente, en una etapa de fabricación de gránulos mediante granulación, compresión o esferoidización, después de una etapa de recubrimiento que consiste en pulverizar una dispersión acuosa de resina sobre las partículas de abono, después, añadir polvo de cemento no hidratado sobre estas partículas de abono recubiertas de resina.

10 La etapa de recubrimiento se realiza bien a la salida del procedimiento de formación de gránulos bien tomando los gránulos ya formados (mezcla). En todos los casos, los gránulos tienen preferentemente una temperatura de 30°C a 50°C en su entrada al revestidor.

15 El método de recubrimiento previsto se puede aplicar a todos los procedimientos de recubrimiento en los que los gránulos están en movimiento, tales como lechos fluidificados, tambores giratorios, mezcladores de brazos, o mezcladores de tambores móviles.

De acuerdo con una realización particular, la presencia de un agente de secado tal como una sal de cobalto o una sal de manganeso no es necesaria durante el recubrimiento del abono con la resina.

20 La resina y el cemento se pueden aplicar en el mismo aparato y, preferentemente, la resina se pulverizará sobre los gránulos antes de repartir el cemento sobre estos. Además, el experto en la materia sabrá regular la temperatura de pulverización de la resina para obtener una viscosidad adecuada para una distribución homogénea y rápida de la resina sobre los gránulos a recubrir.

25 La resina en emulsión, que preferentemente está precalentada, se pulveriza uniformemente sobre la partícula de abono mediante una boquilla para formar una película de polímero uniforme. La cantidad de resina se adapta con respecto al tamaño, a la forma y a la rugosidad de las partículas de abono.

30 El abono así recubierto se puede someter opcionalmente a un tratamiento antiaglomerante conocidos del experto en la materia para limitar la agregación de las partículas durante el almacenamiento del producto.

**Procedimiento de extensión**

35 La invención tiene también por objeto un procedimiento de extensión de un producto fertilizante en suelos que se pueden estar sometidos a una pluviometría diaria comprendida entre 150 y 500 mm de agua y/o una pluviometría anual comprendida entre 2000 y 3000 mm de agua, que consiste en utilizar el producto fertilizante anteriormente descrito, por ejemplo a una dosis comprendida entre 100 y 250 kg/ha.

**Descripción de las figuras**

40 **Figura 1.** Conductividad eléctrica del lixiviado obtenido en una columna de suelo arenoso y simulación de una lluvia intensa (1 día) para un abono recubierto de acuerdo con la invención (Muestra C) y el mismo abono no recubierto (Referencia A)

45 **Figura 2.** Conductividad eléctrica del lixiviado obtenido en una columna de suelo arenoso y simulación de una lluvia moderada (10 días) para un abono recubierto de acuerdo con la invención (Muestra C) y el mismo abono no recubierto (Referencia A)

**Figura 3.** Cantidad de potasio obtenida en una columna de suelo arenoso y simulación de una lluvia intensa (1 día) para un abono recubierto de acuerdo con la invención (Muestra B) y el mismo abono no recubierto (Referencia A)

50 **Figura 4.** Cantidad de potasio en un lixiviado obtenido en una columna de suelo arenoso y simulación de una lluvia moderada (10 días) para un abono recubierto de acuerdo con la invención (Muestra B) y el mismo abono no recubierto (Referencia A)

**Figura 5.** Cantidad de nitrógeno en un lixiviado obtenido en una columna de suelo arenoso y simulación de una lluvia intensa (1 día) para un abono recubierto de acuerdo con la invención (Muestra B) y el mismo abono no recubierto (Referencia A)

55 **Figura 6.** Cantidad de nitrógeno obtenida en una columna de suelo arenoso y simulación de una lluvia moderada (10 días) para un abono recubierto de acuerdo con la invención (Muestra B) y el mismo abono no recubierto (Referencia A)

60 **Figura 7.** Peso seco de brotes de soja expuestos a cuatro dosis de abono de acuerdo con la invención (Muestra B) o de abono no recubierto (Referencia A)

**Figura 8.** Conductividad eléctrica de un abono NPK (7 0 20) recubierto de acuerdo con la invención y del mismo abono recubierto de resina y de talco, fabricado a escala de laboratorio

**Figura 9.** Conductividad eléctrica de un abono NPK (3 0 49) recubierto de acuerdo con la invención y del mismo abono recubierto de resina y de talco, fabricado a escala de laboratorio

65

## Descripción de los métodos

### 1<sup>er</sup> Método de evaluación del retraso en la liberación: medida y seguimiento de la conductividad eléctrica:

#### 5 Material:

- Multímetro (pH, conductividad, DO...) HQ40d (Proveedor: Hach);
- Matraz de 2 l, forma baja;
- Agitador magnético IKA (número labo 532),
- 10 - Barrita imantada de 70 mm de longitud, 10 mm de anchura,
- Embudo de acero inoxidable con mallas finas atravesadas por el tallo (para colocarse sobre el matraz).

#### Protocolo:

- 15 - Rellenar el matraz de 2 l con agua de grifo;
- Poner en agitación para obtener un pequeño vórtice (velocidad 5 en el IKA, aproximadamente 45 rpm),
- Colocar el embudo con el tallo sobre el matraz de forma que el embudo quede centrado en el matraz,
- Introducir el electrodo de conductividad en una zona delimitada, en la "periferia", que siempre será la misma para toda la serie de mediciones. Preferentemente, el electrodo se sitúa cerca de la pared del matraz y su punta se coloca a la altura de la graduación de 1,5 l
- 20 - Esperar a que la medida de conductividad del agua sea estable (frecuentemente, a aproximadamente 450-470  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) y registrar esta conductividad de referencia;
- Tamizar el producto analizado a entre 3,15 y 4 mm; después, pesar 5,0 g de producto tamizado e introducirlo en el embudo;
- 25 - Realizar una medida de conductividad continua durante 30 minutos con un punto de registro cada 30 segundos;
- Al cabo de los 30 minutos, detener el registro de las conductividades y trazar la curva de evolución de la conductividad de la solución en función del tiempo.
- tomar especialmente los valores de las conductividades medidas a t+3 min, t+15 min y t+30 min y refiriendo los valores de las conductividades medidas sobre el abono no recubierto a las conductividades medidas sobre el abono recubierto, calcular el factor de reducción de la conductividad debido al recubrimiento.
- 30

### 2<sup>o</sup> Método de evaluación del retraso en la liberación: lixiviación en una columna de suelo:

35 El principio de estos ensayos es depositar algunos gránulos de abono sobre una columna de suelo, simular una pluviometría regando dichos gránulos con una frecuencia y una cantidad de agua conocida y posteriormente recuperar al pie de la columna de suelo los lixiviados para su análisis.

40 Las columnas de suelo son cilindros de PVC de 40 cm de alto y 7,5 cm de diámetro, rellenos con 2,3 kg de tierra o arena, y sobre los que se depositaron los gránulos de abono a razón de 100 kg/ha. Las adiciones de agua simulan 3 tipos de lluvia:

- lluvia intensa: 300 mm en "continuo" o 10 veces 30 mm en 1 día;
- lluvia suave: sobre un suelo siempre húmedo, 'lluvias' de 300 mm en 30 días a razón de una adición cada 3 días durante 30 días,
- 45 - una pluviometría intermedia o moderada: 'lluvias' de 300 mm durante 10 días.

50 Para cada tipo de lluvia, se recuperaron los lixiviados al pie de la columna y se analizaron midiendo su conductividad y su contenido en N, P, K, S o Mg, para trazar la evolución de la cantidad de nutriente lixiviado con el tiempo o según la cantidad de lluvia.

## Ejemplos

### Ejemplo 1 de la invención: Recubrimiento del abono NPK (03-00-49)

#### 55 A-Preparación

Una tonelada (T) de un abono NPK (03-00-49 fabricado mediante granulación por vía húmeda), en forma de gránulos, se recubrió sucesivamente con una resina en dispersión acuosa, después con un cemento, en proporciones variables. Se puede realizar un tratamiento antiaglomerante, opcionalmente.

60 El Cemento CEM II/B-M (LL-V) 42.5R CE CP2 NF se suministra, por ejemplo por la empresa Lafarge Ciments (finura Blaine Igual a 4542  $\text{cm}^2/\text{g}$ ).

Muestra	resina	dosis [kg/T]	cemento	dosis [kg/T]
Referencia A (no recubierto)	-		-	
B	resina R	15	CEM II /B-M 42.5R	40
C	resina R	10	CEM II /B-M 42.5R	30
D	resina R	10	CEM II /B-M 42.5R	30
E	Emultech 040®	10	CEM II /B-M 42.5R	70
F	Polymul A40®	10	CEM II /B-M 42.5R	30
G	resina R	10	CPB-40	30
H	resina R	10	CP V-ARI RS	30
I	resina R	10	CP IV-32	30

5 Resina R: suministrada por la empresa Luengo Color, dispersión acuosa de un poliéster ramificado obtenido por reacción de copolicondensación de un monómero vinílico tal como estireno modificado con una mezcla de aceite de soja, aceite de lino y aceite de ricino, en presencia de una solución amoniacal. La dispersión contiene también butilenglicol.

Emultech 040®: resina suministrada por la empresa WTechQuimica, dispersante acuosa de un polisacárido

10 Polymul A40®: resina suministrada por la empresa Biofragane, poliemulsión a base de polisacárido

**B. Resultados de conductividad por disolución en agua:**

Se realizaron los ensayos sobre las muestras de Referencia A a I según el primer método descrito anteriormente.

15

Muestra	Conductividad			Factor de reducción		
	3 min	15 min	30 min	3 min	15 min	30 min
Referencia A (no recubierto)	1772	3332	3539			
B	56	171	269	31.8	19.5	13.2
C			2194			1.6
D	405	1283	1981	4.5	2.6	1.8
E	703	1895	2609	2.6	1.8	1.4
F	688	1963	2661	2.7	1.7	1.4
G	495	1521	2263	3.7	2.2	1.6
H	513	1409	1943	3.6	2.4	1.9
I	209.7	731	1189	8.7	4.6	3.0

Resultados: La conductividad en los lixiviados (CE) obtenidos con la muestra C comienza a aumentar a partir del 4º día (90 mm de agua añadida) en los dos regímenes (lluvia intensa y lluvia moderada). La conductividad de los lixiviados de la muestra C es menor en el régimen lluvia intensa (1 día). El perfil de liberación está retardado.

20 El periodo de mayor eficacia de la muestra C está comprendido entre el 4º y el 7º día. A partir del 8º día, las diferencias son pocas (figuras 1 et 2).

25 Los abonos de la invención permiten modular bien la puesta a disposición del potasio a la planta en función del volumen de las precipitaciones. Resulta especialmente eficaz cuando el suelo está expuesto a lluvias intensas. El recubrimiento de la invención permite modular el perfil de liberación del abono según las condiciones meteorológicas.

### C. Resultados en columna de suelo para las muestras Referencia A (no recubierto) y B

Se realizaron los ensayos sobre la muestra B según el segundo método descrito anteriormente, con un suelo arenoso de la zona del Iguazú (arena 92%, arcilla 6% y cieno 2%;  $\text{pH}_{(\text{H}_2\text{O})}$  5,38; Ca 1,55; MgO, 0,19; K 0,06  $\text{cmol}_c \text{dm}^{-3}$ ; CEC 3,42  $\text{cmol}_c \text{dm}^{-3}$ ; P 3,80  $\text{mg dm}^{-3}$ ; Carbono orgánico 1,6  $\text{g dm}^{-3}$ ). Se recogieron los lixiviados del sustrato a alturas de 0-20 et 20-40 cm.

Resultados: La liberación lenta del potasio demuestra la eficacia de la muestra B: esta es la menor en caso de lluvia moderada (Figuras 3 y 4). El recubrimiento de la invención no parece retrasar la disolución de nitrógeno, tanto en caso de lluvia intensa o de lluvia moderada (figuras 5 y 6).

La muestra B libera muy lentamente el potasio bajo lluvia intensa, lo que contribuye a reducir las pérdidas de calcio y de magnesio intercambiables.

Las diferencias entre el perfil de liberación del potasio entre el régimen intenso y el régimen moderado sugiere que la muestra B está provista de un equilibrio estable entre protección y liberación del potasio. Cuanto más intensa es la lluvia, más protegido está el potasio. Cuando la lluvia es moderada, la proporción de potasio liberada es mayor.

Los abonos de la invención permiten modular bien la puesta a disposición del potasio a la planta en función del volumen de las precipitaciones. Resulta especialmente eficaz cuando el suelo está expuesto a lluvias intensas.

### D. Resultado de los ensayos en campo abierto con soja y trigo con la muestra B

A continuación se realizaron ensayos agronómicos con soja y trigo para comparar la eficacia de los abonos recubiertos y no recubiertos.

Estos resultados se demostraron sobre soja y trigo a dosis respectivas de 150 kg/ha y 200 kg/ha.

#### D.1. ENSAYO SOBRE SOJA

El objetivo de este estudio era observar el crecimiento de la soja en invernadero, y su respuesta en contenido de potasio mineral.

#### Materiales y métodos

- Abono: Muestras de referencia A y B del Ejemplo 1
- Dosis: 0,25; 0,50; 0,75 y 1,00 g de abono por maceta equivalente a 75; 150; 225 y 300 kg de abono por hectárea.
- Sustrato: mezcla del 15 % de tierra arcillosa con un 85 % de arena sedimentaria, 10 kg de sustrato/maceta con cuatro repeticiones.
- Medidas: peso seco de los brotes, análisis químico de la planta y análisis químico del suelo (60 días después del tratamiento).
- Análisis estadístico: análisis de la varianza y prueba de la t ( $P < 0,05$ ) para comparar los tipos de abonos y análisis de regresión para estimar la mejor dosis de abono. Los tallos secos de soja eran estadísticamente diferentes entre los tratamientos que reciben 150  $\text{kg ha}^{-1}$  de abono de potasio. A esta dosis, la prueba estadística (t) confirma la gran eficacia de la muestra B durante los tratamientos.

#### Resultados:

El crecimiento de la soja en invernadero se vio afectado por los tipos y tasas de abonos potásicos. El crecimiento más intenso de las plantas de soja se obtuvo con 150  $\text{kg ha}^{-1}$  (tasa estimada 188  $\text{kg ha}^{-1}$ ) de abono de potasio.

A la dosis de 150 kg / ha, se obtuvo el crecimiento máximo con el abono recubierto de acuerdo con la invención.

La concentración en peso seco de los brotes en N, S, Ca y Mg no se vio afectada por los tratamientos, pero las cantidades acumuladas de N y S estuvieron asociadas a la respuesta de crecimiento.

El abono recubierto de acuerdo con la invención aplicado a tasas bajas e intermedias suministra una absorción posterior de K por la soja con respecto al abono no recubierto. La concentración en peso seco de los brotes de soja en N, S, Ca y Mg no varió, y el crecimiento de los granos de soja es resultado, sin duda, de la absorción más alta de K por las plantas que produce el abono de la invención. Los resultados se presentan en la Figura 7.

#### D.2 ENSAYO CON TRIGO

El objetivo de este informe es presentar los resultados de los contenidos de K en las hojas y en los granos en respuesta al tratamiento comparado con las muestras A y B.

#### Materiales y métodos

- Abono: Muestras A y B del Ejemplo 1
- Dosis: 0,49 y 98 kg K<sub>2</sub>O por hectárea equivalente a 0; 100 y 200 kg de abono (3.0.49) por hectárea.

Composición química del suelo:

- 5 pH<sub>(H<sub>2</sub>O)</sub> 6,00; Ca 3,50; MgO, 0.73; K 0,27; CES 7,01 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>; P 16,50 mg dm<sup>-3</sup>; Carbono orgánico 11,7 g dm<sup>-3</sup>; arena 72%; arcilla 14% y cieno 14% g.kg<sup>-1</sup>. Medidas: concentración mineral de las hojas 30 días después de la fertilización, composición química del suelo y rendimiento en granos (kg ha<sup>-1</sup>).

10 **Resultados**

La concentración foliar de N para la muestra B era diferente de la de la muestra A solamente para la tasa de 200 kg ha<sup>-1</sup> de abono potásico, pero no difería según los tipos de abonos.

- 15 La concentración foliar de N para la muestra B era diferente de la de la muestra A, pero no difería según los tipos de abonos.

Las tasas de abono aplicadas no fueron suficientes para aumentar la concentración de K en el suelo.

20 **Ejemplo 2 comparativo: Comparación de talco y cemento no hidratado**

Un abono NPK (03-00-49 o 07-00-20), fabricado mediante granulación por vía húmeda, en forma de gránulos, se recubrió sucesivamente con una resina en dispersión acuosa, después con un cemento no hidratado o con talco.

- 25 Se prepararon las muestras siguientes.

Muestra	Abono	resina	dosis [kg/T]	cemento	dosis [kg/T]
Referencia A	NK 3-0-49				
Referencia J	NK 7-0-20				
K	NK 3-0-49	resina R	30	cemento 42.5R	80
Comparativo L	NK 3-0-49	resina R	30	Talco	80
M	NK 7-0-20	resina R	30	cemento 42.5R	80
Comparativo N	NK 7-0-20	resina R	30	Talco	80

Los resultados de los ensayos de conductimetría realizados según el primer método descrito anteriormente se recogen en las Figuras 8 y 9.

**REIVINDICACIONES**

1. Producto fertilizante de liberación retardada compuesto de partículas de abono recubiertas
- 5       - de una primera capa que comprende una resina seleccionada entre resinas de polisacáridos y resinas obtenidas mediante la copolimerización de un aceite vegetal y de un compuesto seleccionado entre monómeros vinílicos, los ácidos policarboxílicos y los anhídridos, y  
      - de una segunda capa que comprende un cemento no hidratado.
- 10   2. Producto fertilizante de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado por que** el abono comprende al menos un compuesto seleccionado entre las sales de potasio.
3. Producto fertilizante de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado por que** la resina es un poliéster ramificado obtenido mediante la reacción de copolicondensación del monómero vinílico modificado con un aceite vegetal, en presencia de una amina.
- 15   4. Producto fertilizante de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado por que** la resina es un poliéster obtenido mediante la reacción de ácido acrílico, con un aceite vegetal epoxidado, opcionalmente en presencia de un glicol.
- 20   5. Producto fertilizante de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado por que** el aceite vegetal se selecciona entre aceite de ricino, aceite de palma, aceite de maíz, aceite de soja, aceite de colza, aceite de girasol, aceite de semillas de sésamo, aceite de araquís, aceite de cártamo, aceite de oliva, aceite de semillas de algodón, aceite de lino, aceite de nuez, y aceite de atún y sus mezclas.
- 25   6. Producto fertilizante de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado por que** el cemento se seleccionado entre el grupo que consiste de cementos Portland.
7. Procedimiento de fabricación de un producto fertilizante de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, que consiste en pulverizar una dispersión acuosa de la resina sobre las partículas de abono, después, añadir polvo de cemento no hidratado sobre las partículas de abono recubiertas de resina.
- 30   8. Procedimiento de extensión de un producto fertilizante sobre suelos que se pueden estar sometidos a una pluviometría anual comprendida entre 2000 y 3000 mm, que consiste en utilizar el producto fertilizante de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6.
- 35

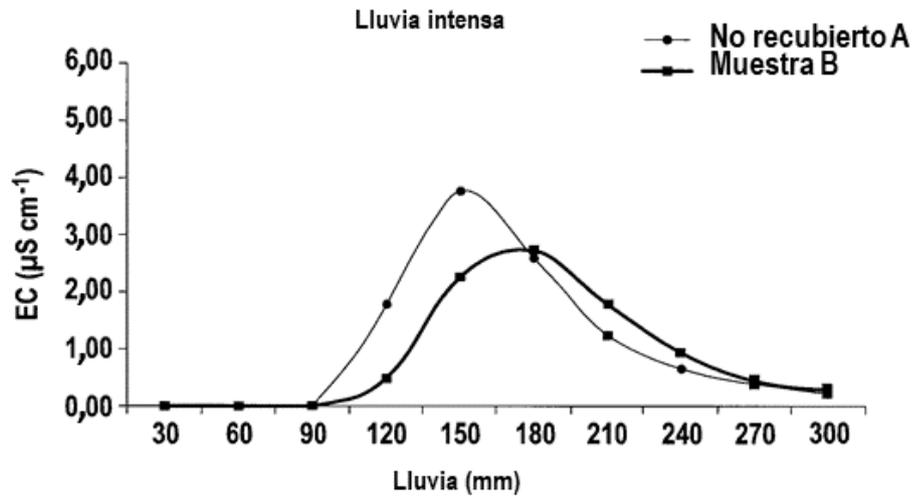


FIG.1

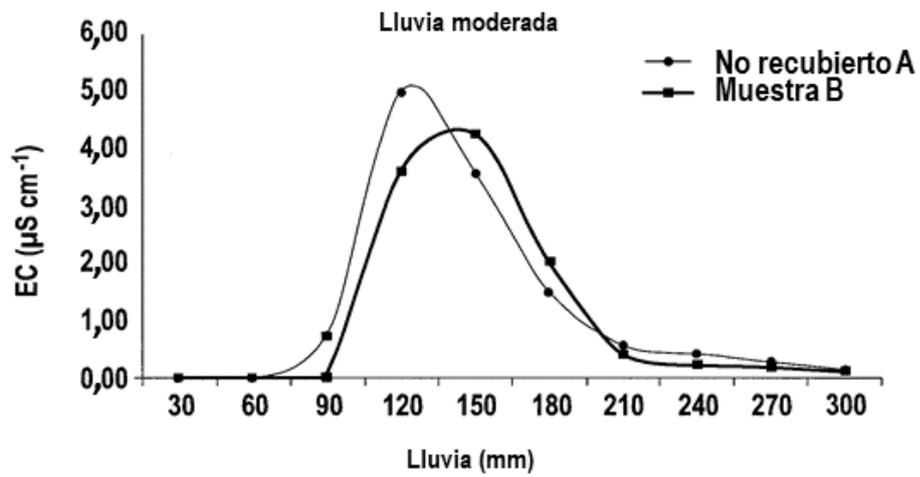


FIG.2

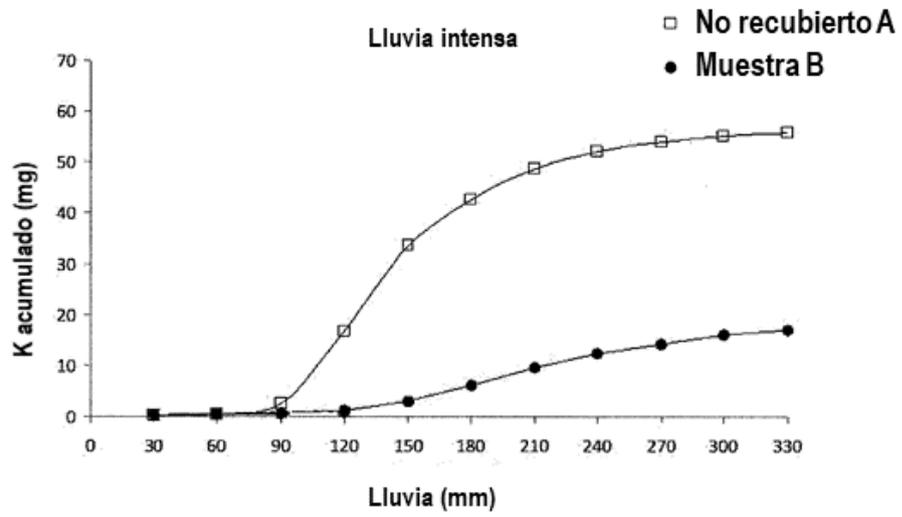


FIG.3

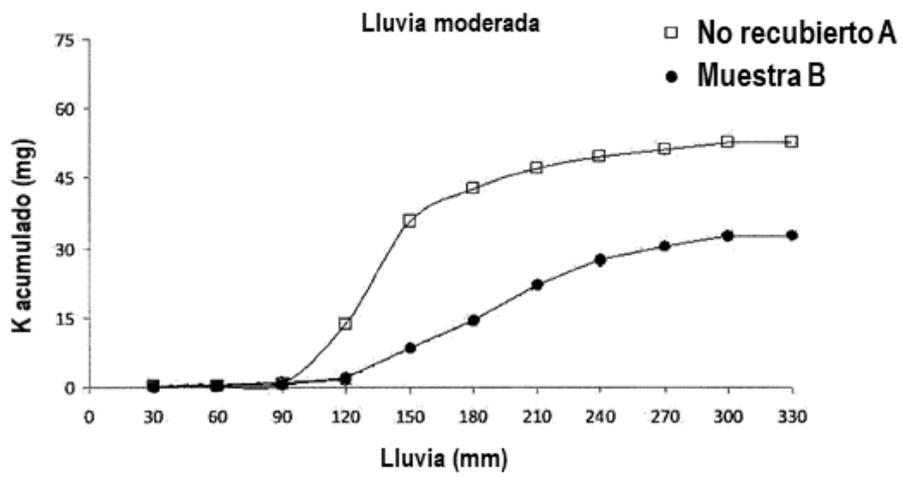


FIG.4

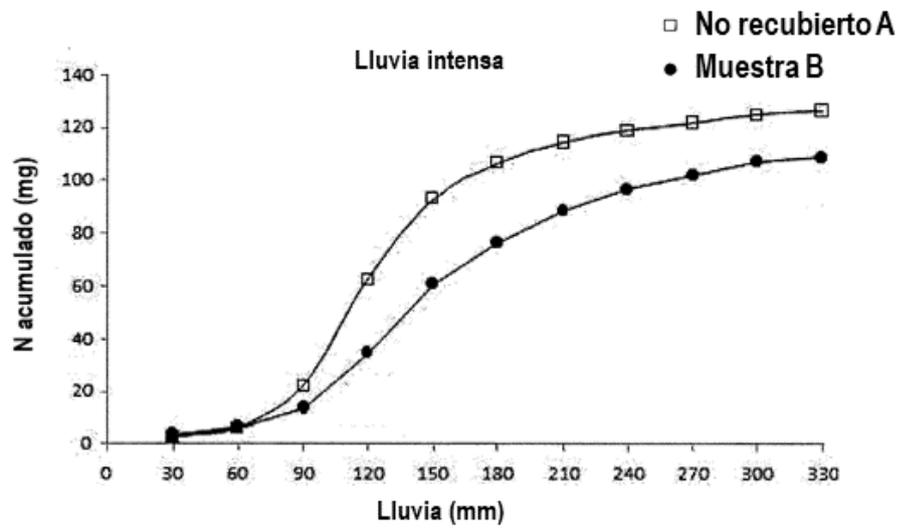


FIG.5

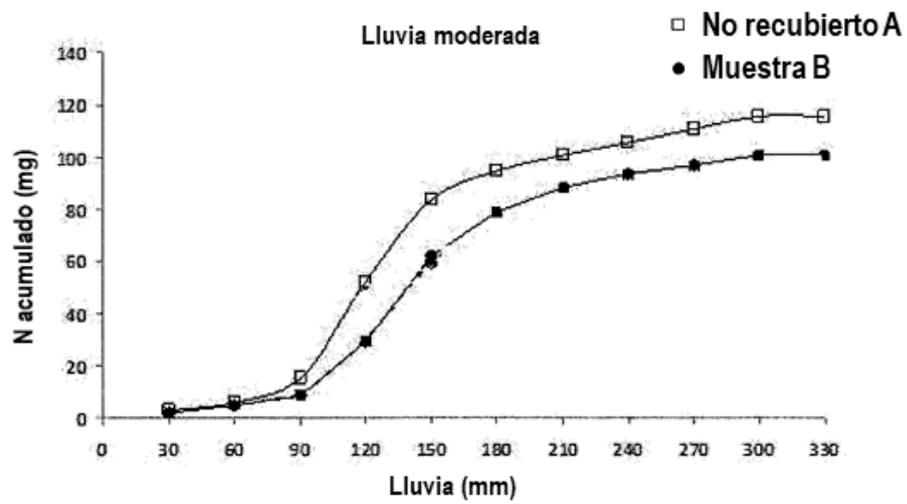


FIG.6

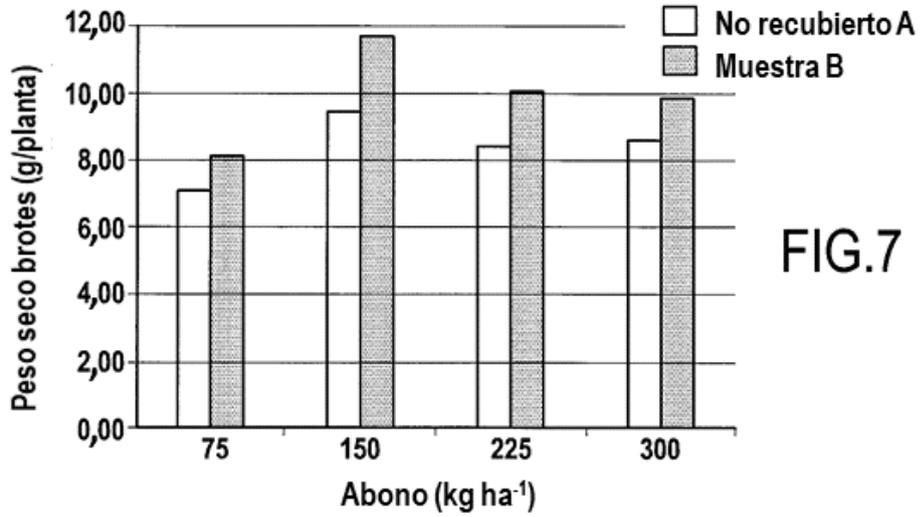


FIG.7

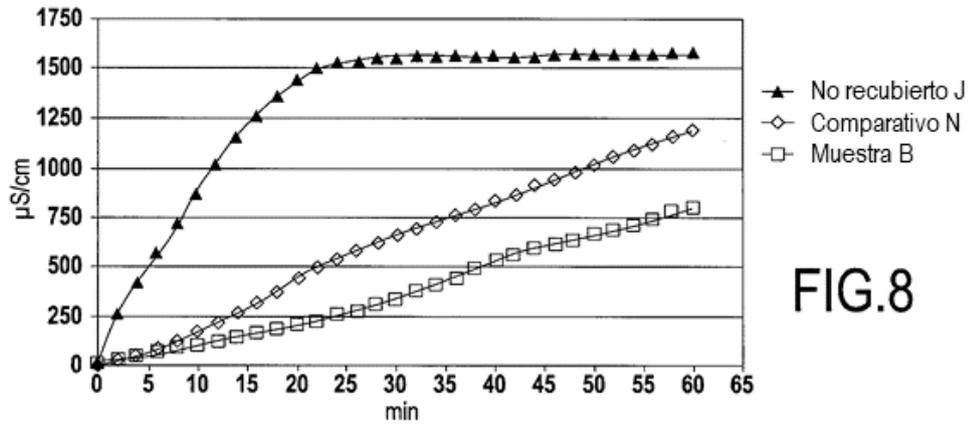


FIG.8

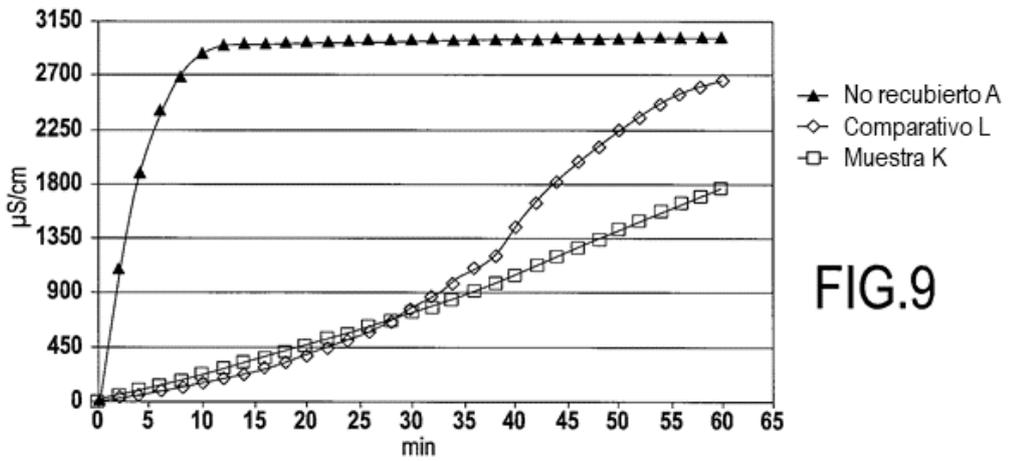


FIG.9