

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 689 316**

51 Int. Cl.:

C05F 11/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.09.2006 PCT/FR2006/002062**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.03.2007 WO07031625**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.09.2006 E 06808088 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.07.2018 EP 1924538**

54 Título: **Procedimiento de preparación de una composición húmica sintética**

30 Prioridad:

13.09.2005 FR 0509300

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

13.11.2018

73 Titular/es:

**BOIS VALOR (100.0%)
11, rue Jean Mermoz
81160 Saint-Juéry, FR**

72 Inventor/es:

**MORARD, PHILIPPE;
GOURDON, CHRISTOPHE;
RIGAL, LUC;
PRAT, LAURENT y
SILVESTRE, JÉRÔME**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 689 316 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de preparación de una composición húmica sintética

5 **[0001]** La invención se refiere a un procedimiento para preparar una composición húmica artificial y el uso de la misma como un fertilizante en grandes cultivos y/o jardinería no profesional.

[0002] A lo largo del texto, nos referimos a:

- 10 - composición húmica artificial: una composición, sólida o líquida, que se prepara mediante el uso de un proceso no esencialmente biológico y que contiene compuestos de origen orgánico con propiedades, en particular propiedades biológicas, cercanas a las de sustancias húmicas naturales. especialmente en términos de capacidad para estimular el crecimiento y/o desarrollo de plantas terrestres, y/o en términos de capacidad para mejorar las propiedades físico-químicas de los suelos cultivados; estos compuestos de origen orgánico se llaman sustancias artificiales (o compuestos) húmicas,
- 15 - material lignocelulósico: un material de origen vegetal rico en paredes celulares que ha sido sometido al proceso de lignificación (proceso de "envejecimiento" o rigidez de la pared),
- material lignocelulósico fresco: un material lignocelulósico que no ha experimentado sustancialmente transformación de descomposición enzimática, por ejemplo según un proceso de fermentación y/o compostaje; puede ser, por ejemplo, madera, tallos de maíz, paja de cereal; se dice que un material lignocelulósico fresco está seco (o seco) cuando tiene un contenido de humedad significativamente más bajo que su contenido de humedad fisiológica.
- 20 - material lignocelulósico fosilizado: un material lignocelulósico formado como resultado de un proceso lento de transformación natural de la materia orgánica; es particularmente carbón, lignito, turba, piroquis, sapropel y leonardita.
- 25

[0003] Las sustancias húmicas (o humus) son un grupo de macromoléculas orgánicas que pertenecen a la fracción coloidal del suelo. Proviene de la descomposición parcial, llevada a cabo por la microflora del suelo, de materia orgánica vegetal, animal y/o microbiana. En este proceso de degradación extremadamente lenta, que finalmente conduce a la degradación total de estos materiales orgánicos con la producción de dióxido de carbono y la liberación de los elementos minerales, las sustancias húmicas corresponden a los productos intermedios de esta degradación.

30

[0004] El interés que representan sustancias húmicas, para la agricultura y para la jardinería no profesional, se derivan de sus reactividades químicas y biológicas significativas; están involucradas en la capacidad de intercambio de cationes del suelo y promueven la nutrición mineral de las plantas cultivadas. Además, su uso como fertilizante natural, para promover el crecimiento y desarrollo de las plantas (fertilización), es una solución alternativa y ecológica para el uso de fertilizantes químicos.

35

[0005] El uso agrícola de sustancias húmicas es antiguo y se remonta a la primera aparición de técnicas de compostaje para optimizar el procesamiento de basura y, sobre todo residuos de desechos orgánicos -en particular domésticos- en un producto estable en compuestos húmicos, llamado compostaje, por descomposición microbiológica controlada. Cualquiera sea la evolución reciente del compostaje, el principio general sigue siendo el mismo; los microorganismos aerobios deben estar en condiciones ideales para multiplicar y descomponer la materia orgánica. En particular, es necesario tener en cuenta parámetros tales como: aireación, temperatura, humedad, relación carbono/nitrógeno, etc.

40

45

[0006] A pesar de la simplicidad de implementación, la ventaja de permitir una evaluación de la basura y residuos orgánicos, y aunque muchas instalaciones como el compostaje pueden mejorar el rendimiento, el compostaje todavía presenta algunos inconvenientes inevitables que desfavorecen los intentos de una implementación a gran escala, en particular industrial: un gran volumen (acumulación de residuos y basura) para una baja productividad (unos pocos meses son necesarios para obtener un compostaje de buena calidad) y la inconveniencia de los olores nauseabundos.

50

[0007] Hoy en día, el compostaje se fabrica esencialmente por el propio usuario (individuo). En cuanto a su uso, generalmente se limita a la fertilización suplementaria, en jardinería no profesional y, posiblemente, en pequeñas granjas.

55

[0008] También se conoce como los minerales, tales como carbón, lignito, turba, petróleo de esquisto bituminoso, sapropel o leonardita, que contienen materiales lignocelulósicos fosilizados, tienen un alto contenido de sustancias húmicas. Por lo tanto, para satisfacer las necesidades de los fertilizantes, tanto los cultivos herbáceos como la jardinería no profesional, se previó la extracción a escala industrial de sustancias húmicas de algunos de estos materiales fósiles.

60

[0009] Para ello, se conocen muchos métodos. Los más utilizados se basan en el principio de la extracción alcalina llevada a cabo en un ambiente húmedo, o incluso líquido. Con el fin de aumentar los rendimientos de extracción, se pueden usar dispositivos de tipo trituradora y/o amasadora en particular para mejorar la penetración del agente

65

alcalino en estos materiales fósiles.

5 **[0010]** De manera singular, RU-2042422 propone un dispositivo de procesamiento de carbón y/o turba, para la extracción rápida y eficiente de las sustancias húmicas, gracias a la acción combinada entre una solución alcalina, oscilaciones acústicas de bajas frecuencias y corrientes de cavitación.

10 **[0011]** Independientemente del método de extracción, las sustancias húmicas de los materiales fósiles tienen desventajas causadas por estos mismos combustibles fósiles. De hecho, estas son materias primas cuyas características y propiedades pueden ser muy variables, y no solo de un tipo de material fósil a otro, sino entre materiales fósiles del mismo tipo, pero de fuentes geográficas diferentes (que informen sobre la calidad del suelo, la historia geológica, la naturaleza del material lignocelulósico de origen), diferentes edades, diferentes profundidades en el suelo... tantos parámetros que tienen en última instancia impactos en su contenido de compuestos húmicos, así como en las propiedades biológicas de estos compuestos en el desarrollo y/o crecimiento de las plantas. Como resultado, las diferentes sustancias húmicas, extraídas de diferentes lotes del mismo tipo de material fósil, generalmente no tienen una homogeneidad muy alta en términos de composición química y actividad biológica con respecto a las plantas.

20 **[0012]** Por otra parte, se trata de materiales naturales cuya formación requiere períodos muy largos. Los depósitos se están agotando rápidamente y cada vez son más difíciles de encontrar. Además, el muestreo intensivo de estos materiales en el ambiente induce perturbaciones significativas. Por ejemplo, las turberas son verdaderos depósitos biológicos poblados por innumerables especies de plantas y animales.

25 **[0013]** Además de las técnicas para la extracción de sustancias húmicas, RU 2.176.631 tiene como objetivo aumentar el contenido de sustancias húmicas de determinados combustibles fósiles. Para hacer esto, se recomienda realizar una oxidación húmeda en la que el material fósil se suspende en ácido sulfúrico o en ácido clorhídrico, y luego se oxida con ácido nítrico diluido. La reacción de oxidación se lleva a cabo con agitación a temperaturas del orden de 70 a 90°C durante 10 a 90 minutos. Las sustancias húmicas de la preparación se recuperan luego mediante extracción alcalina.

30 **[0014]** El documento DE803836C da a conocer un método para producir sustancias húmicas de los vegetales recientes o fósiles en el que se somete a la composición de partida en el estado sólido dividido, un tratamiento térmico.

35 **[0015]** La invención tiene como objetivo proporcionar un procedimiento para preparar una composición húmica artificial cuyo uso como fertilizante agrícola es respetuoso con el medio ambiente y, en términos de capacidad de estimular el crecimiento y/o el desarrollo de plantas terrestres, es similar a las sustancias húmicas naturales.

40 **[0016]** La invención pretende en particular proporcionar un procedimiento de preparación tal que puede ser implementado a partir de productos (o composiciones) de partida fácilmente accesibles y abundantes, y, para permitir la producción y comercialización de la composición húmica artificial en cantidad suficiente para cumplir con las expectativas de las granjas.

45 **[0017]** Además, la invención tiene por objeto proponer un método y un aparato para obtener una alta productividad y que, dadas las limitaciones de la explotación industrial, sean compatibles con los requisitos actuales en materia del medio ambiente y costos de implementación.

[0018] Con este fin, la invención se refiere a un procedimiento para preparar una composición húmica artificial según la reivindicación.

50 **[0019]** En un método de acuerdo con la invención, se somete la composición de partida a un tratamiento mecánico en seco, es decir, sin líquido añadido.

55 **[0020]** Una primera ventaja de un proceso para la preparación de sustancias húmicas de acuerdo con la invención tiene una aplicación que puede hacerse desde una composición de partida, en particular un material lignocelulósico fresco más ordinario como madera, tallos de maíz, paja de cereales... A diferencia de los materiales fósiles naturalmente ricos en compuestos húmicos, los materiales lignocelulósicos mencionados anteriormente no solo son abundantes, sino que son principalmente productos renovables. Además, gracias a la abundancia de cada uno de estos materiales lignocelulósicos frescos, el fabricante puede tener una cantidad muy grande de la misma composición de partida. Como resultado, se pueden obtener grandes cantidades de sustancias húmicas artificiales a partir de la misma composición de partida; lo que es garantía de homogeneidad y consistencia, en términos de calidad, entre los diferentes lotes de productos comercializados.

65 **[0021]** De acuerdo con los inventores, un tratamiento mixto de acuerdo con la invención dan como resultado una degradación y/o desestructuración parcial(es) del material lignocelulósico fresco. Este tratamiento mixto, térmico y mecánico, permite preparar un producto transformado, dicho producto intermedio, sólido, marrón más o menos intenso, rico en sustancias húmicas artificiales (fáciles de extraer, incluidos los métodos ya conocidos). En el curso

de este tratamiento mixto, la aparición de una coloración marrón, que aumenta progresivamente, atestigua la formación de dichas sustancias humanas artificiales. Los inventores han encontrado posteriormente que las sustancias húmicas artificiales así preparadas, después de la extracción (y posiblemente después de la dilución apropiada), tienen propiedades notables sobre el crecimiento y desarrollo de las plantas y, en particular, sobre la floración del geranio y de la begonia, así como en el desarrollo de raigrás. Estas sustancias húmicas artificiales, como las sustancias húmicas naturales, por lo tanto, se pueden usar ventajosamente como fertilizante.

[0022] En el resto del texto, para los propósitos de simplificación, estas sustancias húmicas artificiales (preparadas de acuerdo con la invención) pueden ser designadas con el término genérico "sustancias húmicas".

[0023] En la implementación de un constituyente de un proceso de tratamiento mixto de acuerdo con la invención, se debe tener cuidado para ajustar los parámetros y condiciones implicadas (en particular, temperatura, tiempo de tratamiento, la tasa de O₂ residual...) a fin de evitar la combustión y carbonización de la composición. En particular, tratará de limitar tanto como sea posible el suministro de oxígeno en la cámara durante el tratamiento mixto para evitar el riesgo de explosión. En la implementación de un tratamiento mixto según la invención, el único suministro de oxígeno resulta de la alimentación del recinto en el material de partida; de acuerdo con la invención, se usa un recinto no intencionalmente lleno de oxígeno durante el tratamiento mixto.

[0024] Para poner en práctica un método según la invención se elige una composición seca. De acuerdo con la invención, se prevé una etapa de secado previo de la composición de partida.

[0025] Ventajosamente y según la invención, la composición de partida tiene un nivel de humedad de al menos inferior al 20%, preferiblemente al menos inferior al 10%.

[0026] Según una realización preferida de la invención, se elige como composición de partida una madera de álamo en forma dividida en partículas que tienen un grosor al menos inferior a 1,5 cm. En particular, es ventajosamente virutas o serrín. Ventajosamente y de acuerdo con esta realización, la temperatura del tratamiento mixto es ventajosamente de entre 170°C y 230°C.

[0027] Otra ventaja de la invención, no menos importante, viene de la velocidad de ejecución. De hecho, dependiendo de las condiciones de implementación del proceso, unas pocas horas o unos pocos días son suficientes para obtener la formación de estas sustancias húmicas.

[0028] Las sustancias húmicas preparadas de acuerdo con la invención tienen la particularidad de venir de una degradación y/o una desestructuración parcial(es) de dicho material lignocelulósico sometido a un efecto de amasado y/o molienda y/o cizallamiento de dicho material lignocelulósico, y bajo el efecto de una temperatura entre 100°C y 280°C.

[0029] El efecto de amasado y/o molienda y/o cizallamiento es (son) obtenido(s) aquí por un desplazamiento de al menos un elemento mecánico rígido dentro de y en contacto con dicho material lignocelulósico. Se dice que este desplazamiento se mantiene porque persiste durante dicho tratamiento mixto; puede ser continuo o discontinuo, puede repetirse regular o irregularmente.

[0030] De acuerdo con una realización particular de un tratamiento mixto constitutivo de un método de acuerdo con la invención, ventajosamente, utilizando un extrusor de doble tornillo. El perfil del tornillo, definido por la secuencia, la forma y el paso de los elementos de tornillo que constituyen el doble tornillo, y la rotación del doble tornillo se eligen para un efecto de amasado y esmerilado (corte), y un tiempo de residencia de dicho material lignocelulósico en dicho extrusor de doble tornillo, adaptado para provocar la formación de un producto intermedio que contiene sustancias húmicas.

[0031] Para la aplicación de un tratamiento mixto constitutivo de un método de acuerdo con la invención, dicho equipo tiene la gran ventaja de permitir la automatización de todos los pasos y la finalización de este tratamiento en una operación unitaria.

[0032] El uso de una extrusora de doble tornillo permite ventajosamente un control preciso de los muchos parámetros de funcionamiento de un método de acuerdo con la invención (temperatura de tratamiento, el modo y la fuerza de corte, el tiempo de tratamiento...). De hecho, modificando algunas de las características estructurales y/o ciertas características operativas de la extrusora de doble tornillo, el operador está involucrado en los parámetros del proceso.

[0033] Ejemplos de características estructurales de una extrusora de doble tornillo en las que un operador puede intervenir, y se determinan generalmente y se fijan antes de la puesta en marcha (y que no se alteran normalmente durante su funcionamiento), en particular, el perfil de los tornillos, que depende esencialmente de la forma de la rosca de los tornillos (que puede ser, por ejemplo, trapezoidal, conjugada, simple o doble...) y el paso del tornillo. Cada uno de estos tornillos también puede tener diferentes secciones (o segmentos) que pueden diferir entre sí, por la forma del hilo y/o por el hilo. Opcionalmente, algunas de las secciones constituyentes de estos tornillos también

pueden corresponder a elementos mezcladores bilobales o de una sola hoja.

[0034] Entre las características de funcionamiento de una extrusora de doble tornillo en las que un operador puede intervenir en cualquier momento (tanto cuando el equipo se detiene como cuando se está ejecutando), se puede citar:

- la velocidad de rotación de los tornillos,
- la temperatura del recinto (o funda); las temperaturas particulares se pueden establecer en diferentes partes de este recinto.

[0035] La gran variedad en las características estructurales y de operación de tal equipo permite una gran libertad en los ajustes en las condiciones de procesamiento de un método de acuerdo con la invención y, en particular, se utiliza para definir las condiciones óptimas (por ejemplo, temperatura, fuerza de corte, duración del tratamiento...) específicas para cada una de las composiciones de partida elegidas. Ventajosamente, el bi-tornillo de una extrusora de doble tornillo utilizado en el contexto de la invención puede comprender al menos dos secciones que difieren en su perfil de tornillo.

[0036] Hay que señalar que el equipo, distinto de extrusora de doble tornillo también puede ser adecuado para la aplicación de un tratamiento mixto constitutivo de un método de acuerdo con la invención. Por ejemplo, los torrefactores cuyo recinto está equipado con un (unos) miembro(s) mecánico(s) se pueden usar opcionalmente para este propósito.

[0037] Una vez que el producto intermedio obtenido, se extrae entonces de sus sustancias húmicas artificiales.

[0038] Ventajosamente y según la invención, a partir del producto intermedio, sustancias húmicas se extraen por arrastre en una solución alcalina que se mezcla con dicha composición.

[0039] Ventajosamente y según la invención, las sustancias húmicas se extraen con una solución de hidróxido de potasio (KOH), en particular de normalidad 1N-, esta operación se lleva a cabo a una temperatura entre 40°C y 150°C - preferiblemente a una temperatura del orden de 120°C-.

[0040] Ventajosamente y según la invención, después de la mezcla y macerado con agitación, el producto intermedio con una solución alcalina de KOH- en particular, se lleva a cabo la separación sólido-líquido de las fases sólida y líquida de la mezcla. La separación líquido-sólido puede llevarse a cabo, en particular, por decantación, por filtración o por centrifugación.

[0041] De acuerdo con una realización particular de las etapas de extracción de sustancias húmicas sólido-líquido y la separación de un método de acuerdo con la invención, utilizado ventajosamente es un extrusor de doble tornillo. Esta extrusora de doble tornillo comprende un recinto adaptado para recibir un producto intermedio obtenido al final de un tratamiento mixto según la invención, y capaz de mantenerse a una temperatura adecuada para permitir el arrastre de sustancias húmicas mediante la solución alcalina. La extrusora de doble tornillo también incluye un filtro sólido-líquido instalado en un extremo aguas abajo de su recinto.

[0042] Ventajosamente y según la invención, la velocidad de rotación del doble tornillo y el perfil de tornillo (secuencia, forma, no elementos de tornillo constitutivos de doble tornillo) se seleccionan para un efecto de amasado y un tiempo de maceración de dicho producto intermedio con la solución alcalina, adaptada para permitir la extracción de sustancias húmicas de este producto intermedio.

[0043] Según una realización particular de la invención, se puede considerar el uso de una extrusora de doble tornillo para lograr tanto el tratamiento mixto, como las etapas combinadas de extracción y separación sólido-líquido. Para hacer esto, esta extrusora de doble tornillo tiene ventajosamente:

- una zona aguas arriba en la que la composición de partida se somete esencialmente a un tratamiento mixto según la invención, y
- una zona aguas abajo en la que el producto intermedio resultante de dicho tratamiento mixto y que abandona dicha zona aguas arriba se pone en contacto con una solución alcalina; dicha zona aguas abajo también comprende un orificio de descarga de líquido provisto de un filtro de sólido-líquido que permite llevar a cabo la separación sólido-líquido por filtración.

[0044] Después de una etapa de extracción y separación sólido-líquido de acuerdo con la invención se recupera una fase líquida que contiene sustancias húmicas. Esta fase líquida tiene un pH generalmente del orden de 13-14. Ventajosamente y de acuerdo con la invención, el pH de esta fase líquida se reduce, en particular mediante la adición de una solución ácida, por ejemplo ácido nítrico.

[0045] Ventajosamente y según la invención, se añade una solución de ácido nítrico de concentración y cantidad apropiada para obtener una solución líquida de pH compatible con su uso como suelo de cultivo de fertilizantes para

dicha fase líquida.

[0046] Opcionalmente, se procede a una decantación de la fase líquida, especialmente después de la neutralización a pH básico para aclararla (por ejemplo, para eliminar las partículas finas arrastradas en la etapa de filtración).

[0047] La invención se extiende también a una composición húmica artificial preparada por un proceso de acuerdo con la invención.

[0048] Debido a sus propiedades agronómicas muy cercanas a las de las sustancias húmicas naturales, una composición líquida de la invención es de gran valor como fertilizante en gran cultivo y/o en la jardinería no profesional.

[0049] La invención así se extiende también al uso de dicha composición, en particular en forma líquida como fertilizante para mejorar la estructura del suelo (enmienda) y para promover el crecimiento y desarrollo de plantas (fertilización). Por ejemplo, es concebible llevar dicha composición, directamente o después de una dilución apropiada, al agua de riego y/o al riego. También es posible incorporar esta composición en soluciones de fertilizantes minerales.

[0050] La invención también se refiere a un método para preparar una composición húmica artificial, una composición húmica artificial en forma líquida, y el uso de esta composición húmica artificial como un fertilizante líquido, con el propósito de enmiendas del suelo para el cultivo y/o la fertilización de plantas terrestres, caracterizados, en combinación, por todas o algunas de las características anteriores o siguientes.

[0051] Otros objetos, características y ventajas de la invención aparecerán al leer la descripción detallada de una realización particular que usa extrusoras de doble tornillo. Esta descripción detallada se refiere a las figuras adjuntas, en las que:

- la Figura 1 es una vista esquemática en perspectiva y en despiece ordenado de una extrusora de doble tornillo dada a modo de ejemplo de un equipo industrial que puede usarse para llevar a cabo un proceso para preparar una composición húmica artificial de acuerdo con la invención, y en particular para la implementación de un tratamiento mixto de acuerdo con la invención,
- la Figura 2 es una vista esquemática en perspectiva y en despiece ordenado de una extrusora de doble tornillo proporcionada a modo de ejemplo de un equipo industrial que puede usarse para la implementación de un método para preparar una composición húmica artificial de acuerdo con la invención, y en particular para la implementación de las etapas de extracción de sustancias húmicas y separación líquido/sólido de acuerdo con la invención.

[0052] En general, y como se ilustra esquemáticamente en la Figura 1, una extrusora de doble tornillo 1 se compone de dos tornillos 2a y 2b paralelos y copenetrantes (parcialmente redes anidadas) que gira dentro de un manguito modular que define un cerramiento 3. La temperatura dentro del cerramiento 3 está controlada en diferentes áreas por abrazaderas 4, que pueden ser por enfriamiento y/o calentamiento. La composición del material a tratar se introduce dentro de la extrusora de doble tornillo 1 a través de un orificio de alimentación 5. Dentro de la funda 3 de la extrusora de doble tornillo 1, durante su transporte a través del aparato, la composición de la materia está sometida a efectos de presión y relajación, asociados con efectos de cizalladura más o menos importantes, dependiendo de la secuencia, la forma y el paso de los elementos de tornillo elegidos para realizar el tratamiento mecánico, y se lleva simultáneamente a una temperatura entre 100°C y 280°C. El producto resultante de este tratamiento mixto, designado por producto intermedio, se recoge en el extremo 6 de la extrusora de doble tornillo 1 en forma de un producto sólido, rico en sustancias húmicas artificiales.

[0053] Una vez que se haya preparado el producto intermedio rico en sustancias húmicas artificiales, se somete a una etapa de extracción de sustancias húmicas por ejemplo por medio de una extrusora de doble tornillo 2, como se muestra en la Figura 2.

[0054] En general y como se muestra en la Figura 2, se utiliza un extrusor de doble tornillo 7 del mismo tipo que el mostrado en la Figura 1. Sin embargo, el extrusor de doble tornillo 7 se diferencia en que está equipado con un módulo de filtración 13 para realizar una separación líquido/sólido. Un producto intermedio de acuerdo con la invención, previamente preparado, se introduce dentro del extrusor de doble tornillo 7, a través del orificio de alimentación 8, y se conduce hacia el extremo distal del aparato por los dos tornillos paralelos y co-rotativos 9a y 9b que giran dentro del manguito que define el recinto 10. La temperatura dentro del recinto 10 se controla en diferentes zonas mediante abrazaderas 11. Se introduce la solución alcalina dentro de la cámara 10, en diferentes puntos 12a, 12b, 12c, mediante medios de bombeo (no mostrados). El perfil del tornillo se define para obtener un contacto íntimo del líquido y el sólido (el producto intermedio) mediante el amasado a una temperatura entre 40°C y 150°C, capaz de permitir la extracción de sustancias húmicas.

[0055] Dentro de la extrusora de doble tornillo 7, la mezcla sólido-líquido similar a una pasta se amasa y se presiona contra los filtros del módulo de filtro 13; el líquido que contiene las sustancias húmicas artificiales se filtra a través de

los filtros del módulo de filtración 27. La filtración se lleva a cabo de forma continua. Su principio se basa en la formación de un tapón dinámico, mediante la acumulación de material en una contrahebra situada aguas abajo del módulo de filtración 13 que asegura el prensado del material. Se dice que este tapón de composición esencialmente sólido es dinámico porque "fluye" a través del hilo (calado) bajo el empuje del material empapado en líquido que es transportado por los tornillos con paso directo. Bajo el efecto de presión, el líquido que contiene las sustancias húmicas artificiales fluye a través de los filtros. La superficie de los filtros es constantemente raspada por los tornillos, y el material sólido no se acumula allí.

[0056] El material sólido agotado se impulsa continuamente hacia el extremo 14 de la extrusora de doble tornillo 7 donde se evacua.

[0057] Una vez que las fases líquidas, que contienen sustancias húmicas, se hayan recogido, se neutralizan con ácido nítrico 1N antes de ser probado por sus propiedades en las plantas.

[0058] Para hacer esto, las composiciones líquidas, en forma diluida (1/100 a 1/200) están hechas directamente en el agua de riego y/o irrigación, o incorporadas en soluciones de fertilizantes minerales. Utilizadas de esta manera, las sustancias húmicas artificiales preparadas de acuerdo con la invención promueven el crecimiento y desarrollo de las plantas cultivadas. Los principales resultados experimentales obtenidos son los siguientes:

- las composiciones líquidas así preparadas promueven la floración de geranio (para una concentración húmica de 35 mg/L) y begonia (para una concentración húmica de 100 mg/L),
- el uso de estas composiciones permite ahorrar agua de riego en un 6% para el raigrás y un 10% para el geranio,
- la adición de estas composiciones en soluciones nutritivas promueve la biodisponibilidad de elementos minerales para las raíces de las plantas (cobre, zinc, etc.).

[0059] Entre las diversas composiciones de materiales lignocelulósicos ensayados como composiciones de partida para la preparación de sustancias húmicas artificiales de acuerdo con la invención, se puede citar madera de álamo con la que se obtuvieron resultados muy satisfactorios en cuanto a la estimulación del crecimiento et del desarrollo de las plantas mencionadas anteriormente.

[0060] El ejemplo 1 a continuación establece en detalle las características estructurales (Tabla 1) de un tornillo de la extrusora de doble tornillo asignada a la aplicación de un tratamiento mixto constitutivo de un método de acuerdo con la invención, y las características de funcionamiento del mismo (Tabla 2). Del mismo modo, el Ejemplo 2 describe en detalle las características estructurales (Tabla 3) de una extrusora de doble tornillo asignada a la aplicación de las etapas de extraer las sustancias húmicas y separación de líquidos/sólidos de acuerdo con la invención, así como las características operativas de la misma (Tabla 2).

[0061] EJEMPLO 1: Aplicación de un tratamiento combinado utilizando un extrusor de doble tornillo y caracterización analítica de la composición líquida obtenida.

[0062] La composición de partida es la madera de álamo en la forma de virutas frescas cuyo contenido de humedad es 50% y la densidad aparente era de 0,5. Las virutas se secan a 100°C en un horno ventilado hasta un contenido de humedad del 7%.

[0063] Las virutas secadas de este modo se introducen a una velocidad de 4,5 kg/h a una extrusora de doble tornillo de tipo CLEXTRAL BC 45 (CLEXTRAL, Francia) equipada con una vaina de siete módulos de 20 cm de largo y del siguiente perfil de tornillo:

ES 2 689 316 T3

	Nº de módulo	1		2		3	
5	Tipo y función	Abierto Inducción sólida		Cerrado Transporte		Cerrado Cizallamiento y transporte	
	Tornillo						
10	Geometría	Trapézoída I	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Biloba Conjugada rosca doble
	Longitud (mm)	100	100	100		100	50 50
15	Paso de rosca (mm)	66	50	33		25	-45° 25

	4			5		6	
20	Cerrado Transporte y cizallamiento			Cerrado Transporte		Cerrado Transporte	
	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble
25	100	50	50	100	100	100	100
	25	25	-25	25	25	25	33

7	
Cerrado Transporte	
Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble
100	100
25	33

Tabla 1

[0064] Las composiciones húmicas artificiales recogidas en la salida de la extrusora de doble tornillo para las diferentes condiciones de operación de temperatura y de velocidad de rotación del tornillo tienen las siguientes características:

Tabla 2

Temp. (°C)	Velocidad de rotación de tornillos (rpm)	Contenido de carbono extraíble (g/kg)	Distribución		Relación E4/E6 (%)
			Ácido húmico (%)	Ácido fúlvico (%)	
170	125	12,51	69,40	30,60	8,39
170	175	12,71	68,57	31,43	8,15
200	100	12,16	66,59	33,41	8,35
200	150	12,34	67,93	32,07	8,23
200	200	12,36	67,64	32,36	8,26
230	125	13,30	66,88	33,12	8,66
230	175	11,47	66,05	33,95	9,01
250	150	13,46	74,75	25,25	6,68

ES 2 689 316 T3

[0065] Estos resultados ilustran el efecto de la temperatura y la velocidad de rotación de los tornillos de las composiciones húmicas artificiales de calidad extrusora de doble tornillo.

5 [0066] EJEMPLO 2: Aplicación de las etapas de extraer las sustancias húmicas y separación de líquidos/sólido por medio de una extrusora de doble tornillo y caracterización analítica de la composición líquida obtenida.

[0067] La composición de partida es la madera de álamo como virutas de 1 cm de longitud y 0,3 cm de espesor en promedio, a un contenido de humedad de 7%.

10 [0068] El tratamiento mixto (es decir, el tratamiento tanto térmico como mecánico) se lleva a cabo en un extrusor de doble tornillo CLEXTRAL BC 45 equipado con el mismo diseño de tornillo que se ha descrito en el Ejemplo 1, bajo las siguientes condiciones de operación: caudal de entrada de flujo: 4,5 kg/h; temperatura: 230°C; velocidad de rotación de los tornillos: 125 rpm, a partir de 100 kg de madera seca, se obtienen aproximadamente 94 kg de un producto intermedio sólido que contiene sustancias húmicas artificiales.

15 [0069] Este sólido se introdujo a una velocidad de 7,3 kg/h a una extrusora de doble tornillo CLEXTRAL BC 45, equipado con una funda de 7 módulos de 20 cm de longitud y el siguiente perfil de tornillo:

20

Nº de módulo	1		2		3	
Tipo y función	Abierto Inducción sólida		Cerrado Transporte		Cerrado Transporte	
Tornillo						
25 Geometría	Trapézoidea	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble
Longitud (mm)	100	100	100	100	100	100
30 Paso de rosca (mm)	66	50	33	33	33	33

35

4			5			6	
Cerrado Transporte y cizallamiento			Cerrado Transporte, cizallamiento y extracción			Abierto Filtración	
Conjugada rosca doble	Bilobas	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Bilobas	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble
100	50	50	100	50	50	100	100
25	-45°	33	25	25	+45°	33	25

40

50

7		
Cerrado Cizallamiento y transporte		
Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble	Conjugada rosca doble
50	50	100
-25	25	33

55

60 Tabla 3

[0070] La solución acuosa de hidróxido de potasio 1N se introduce desde el principio del módulo 5 con una velocidad de flujo definida por la relación líquido/sólido seleccionada. Los extractos que contienen las sustancias húmicas artificiales se recogen a la salida del módulo de filtración y tienen las siguientes características en función de las condiciones de funcionamiento de la temperatura establecida, la velocidad de rotación de los tornillos y la relación líquido/sólido:

65

5

Tabla 4

10

15

20

25

30

Temp. (°C)	Vel. rotación del tornillo (rpm)	Relación líquido/sólido (%)	Contenido de carbono (g/l)	Distribución		Proporción E4/E6 (%)
				Ácido húmico (%)	Ácido fúlvico (%)	
50	125	11,25	7,77	66,55	33,45	7,99
50	125	13,75	6,05	65,57	34,43	6,79
50	112	15	5,56	61,49	38,51	7,60
50	137	15	5,72	59,45	40,55	7,51
85	125	12,5	6,53	63,65	36,35	8,10
85	125	10	8,58	63,31	36,69	8,47
85	125	15	5,56	62,86	37,14	7,86
85	100	15	5,95	60,34	39,66	7,78
85	125	15	6,79	62,37	37,63	7,58
85	150	15	5,79	60,88	39,12	7,40
85	125	12,5	7,28	64,06	35,94	7,30
85	125	15	5,85	61,89	38,11	7,61
120	125	13,75	6,24	61,97	38,03	7,41
120	125	11,25	8,63	63,43	36,57	7,70
120	137	15	5,56	61,97	38,03	6,95
120	112	15	6,18	60,96	39,04	7,26

35

40

45

50

55

60

65

[0071] Estos resultados ilustran el efecto de la temperatura sobre la velocidad de rotación de los tornillos y de la relación líquido/sólido en la calidad de las sustancias húmicas artificiales a partir de soluciones obtenidas por extracción de doble tornillo extrusor de un producto intermedio preparado anteriormente por un tratamiento mixto según la invención.

REIVINDICACIONES

1. Método para la preparación de una composición húmica artificial en la que:

- 5
 - se elige una composición inicial que contiene principalmente al menos un material lignocelulósico nuevo,
 - se aplica un tratamiento llamado tratamiento mixto, térmico y mecánico a la composición inicial en estado sólido, dividido y previamente seco, para formar un producto intermedio que contiene sustancias húmicas artificiales, entre las cuales:
- 10
 - la composición inicial se agrega a una cámara (3) a una temperatura de entre 100°C y 280°C,
 - se lleva a cabo un tratamiento mecánico de la composición inicial seca en esta cámara (3), que incluye al menos un desplazamiento mantenido de al menos un dispositivo mecánico rígido (2a, 2b) dentro y en contacto con la composición inicial,
- 15
 - dichas sustancias húmicas artificiales se extraen del producto intermedio obtenido de dicho tratamiento mixto.

2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicho material de lignocelulosa fresca se elige entre madera, tallos de maíz y mazorcas y paja de cereal.

3. Método según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** se elige una composición inicial que contiene material lignocelulósico fresco con un contenido de humedad inferior al 20%.

4. Método según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** dicha composición inicial comprende madera de álamo en forma de partículas divididas con un espesor de al menos menos de 1,5 cm.

5. Método según la reivindicación 4, **caracterizado porque** las partículas de madera de álamo se eligen entre virutas y serrín.

6. Método según la reivindicación 4 o 5, **caracterizado porque** dicho tratamiento mixto se realiza a una temperatura entre 170°C y 230°C.

7. Método según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** dicho tratamiento mixto se realiza con un extrusor de doble tornillo (1); dicha extrusora de doble tornillo (1) comprende una cámara calentada (3) que puede llevar dicho material de lignocelulosa a dicha temperatura de tratamiento; la velocidad de rotación del doble tornillo (2a, 2b) y su perfil de tornillo se eligen para lograr un efecto de mezclado y molido, y un tiempo de residencia de dicho material de lignocelulosa en dicho extrusor de doble tornillo (1) adaptado para conducir a la formación de dicho producto intermedio que contiene sustancias húmicas artificiales.

8. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** las sustancias húmicas se extraen del producto intermedio por arrastre en una solución alcalina; dicha solución alcalina se mezcla con dicho producto intermedio y se recupera una fase líquida que contiene dichas sustancias húmicas artificiales.

9. Método según la reivindicación 8, **caracterizado porque** dichas sustancias húmicas se extraen con una solución de hidróxido de potasio (KOH) a una temperatura de entre 40°C y 150°C.

10. Método según la reivindicación 9, **caracterizado porque** se usa una solución de hidróxido de potasio (KOH) con una normalidad 1N.

11. Método según la reivindicación 10, **caracterizado porque** dichas sustancias húmicas artificiales se extraen a una temperatura del orden de 120°C.

12. Método según una de las reivindicaciones 8 a 11, **caracterizado porque** las sustancias húmedas se extraen por maceración mientras que se agita el producto intermedio con la solución alcalina, y luego se realiza una separación sólido-líquido de las fases sólida y líquida.

13. Método según la reivindicación 12, **caracterizado porque** la separación sólido-líquido se realiza por filtración.

14. Método según la reivindicación 12 ó 13, **caracterizado porque** los pasos para extraer sustancias húmicas artificiales y para hacer la separación sólido-líquido se realizan con un extrusor de doble tornillo (7) que comprende una cámara (10) en la que el producto intermedio puede estar contenido, y un filtro de líquido sólido (13) instalado en un extremo corriente abajo de esta cámara (10).

15. Método según la reivindicación 14, **caracterizado porque** la velocidad de rotación del tornillo sin fin (9a, 9b) de dicho extrusor de tornillo sin fin (7) y su perfil de tornillo se elige para lograr un efecto de mezcla y un tiempo de maceración del producto intermedio con la solución alcalina de manera que el producto intermedio pueda extraerse

de dichas sustancias húmicas artificiales.

5 **16.** Método según las reivindicaciones 8 a 15, **caracterizado porque** se usa una única extrusora de doble tornillo para el tratamiento mixto y la extracción y las etapas de separación sólido-líquido; dicha extrusora de doble tornillo simple comprende:

- una zona aguas arriba en la que se aplica esencialmente un tratamiento térmico y un tratamiento mecánico, denominado tratamiento mixto, de forma concomitante con la composición inicial, y
- 10 - una zona aguas abajo en la que el producto intermedio obtenido de dicho tratamiento mixto y la salida de dicha zona aguas arriba se pone en contacto con una solución alcalina; dicha zona corriente abajo también comprende un orificio de evacuación de líquido provisto de un filtro sólido-líquido que permite la separación sólido-líquido por filtración.

15 **17.** Método según una de las reivindicaciones 8 a 16, **caracterizado porque** se recupera una fase líquida que contiene las sustancias húmicas artificiales y se reduce el pH de esta fase líquida.

18. Método según la reivindicación 17, **caracterizado porque** se añade una solución de ácido nítrico a dicha fase líquida.

20 **19.** Método según la reivindicación 17 ó 18, **caracterizado porque** una solución de ácido nítrico con una concentración y cantidad adaptadas para obtener una solución con un pH compatible con el uso como fertilizante para fertilizar tierra cultivable se agrega a dicha fase líquida.

25 **20.** Método según una de las reivindicaciones 17 a 19, **caracterizado porque** al menos una solución de ácido nítrico con normalidad 1N se añade a dicho líquido.

30

35

40

45

50

55

60

65



