

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 733 244**

51 Int. Cl.:

C08J 3/12 (2006.01)

A01N 25/00 (2006.01)

B29B 9/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.01.2016 PCT/FR2016/000007**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.07.2016 WO16116679**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.01.2016 E 16707830 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2019 EP 3247738**

54 Título: **Procedimiento de elaboración de un material compuesto no poroso hidro- y/o lipo-absorbente de composiciones activas líquidas**

30 Prioridad:

21.01.2015 FR 1500117

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

28.11.2019

73 Titular/es:

**AB7 INNOVATION S.A.S.U. (100.0%)
BP 9 Chemin des Monges
31450 Deyme, FR**

72 Inventor/es:

**CHELLE, RENÉ;
NGUYEN, DAVID y
VILBERT, ARNAUD**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 733 244 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 elaboración de un material compuesto no poroso hidro- y/o lipo-absorbente de composiciones activas líquidas

5 La presente invención se refiere a la elaboración de un material compuesto biodegradable no poroso hidro- y/o lipo-absorbente de composiciones activas líquidas hidrófilas o lipófilas.

Más exactamente, tiene por objeto un procedimiento de elaboración de un material compuesto biodegradable no poroso convertido en hidro- y/o lipo-absorbente para la obtención de diversos objetos conformados para ser cargados posteriormente en composiciones activas líquidas hidrófilas o lipófilas que comprenden al menos un principio activo destinado a ser suministrado de forma controlada y continua en un medio.

10 Los elementos activos son aportados comúnmente en ciertos medios - atmósfera, suelo o agua - por diversas vías: vía aérea para los principios activos volátiles y vía directa por contacto para los principios activos en forma líquida o sólida. Este es el caso, por ejemplo, para el control de plagas de insectos por vía aérea, para el tratamiento de suelos agrícolas por fumigación o enterramiento, o incluso para el tratamiento de aguas. Con este fin, dichos principios activos se incorporan con frecuencia en diversos soportes para observar ciertas reglas ambientales.

15 Dichos soportes, generalmente porosos, están en forma de gránulos o pelets cargados con al menos una sustancia activa para suministrar en el medio objetivo.

De hecho, por razones de conservación de la naturaleza contra ciertos aspectos de la contaminación ambiental, es deseable practicar una aplicación de los principios activos por liberación en dosis controlada a lo largo del tiempo.

20 Los soportes de sustancias activas sólidas o líquidas del campo de la invención se elaboran de maneras variables. Generalmente se procede por elaboración de un soporte poroso en el que se va a incorporar la composición activa. Este es el principio, por ejemplo, de los inóculos soportados en la turba triturada. Es también el caso de la patente FR2959100 B1 (22.04.2010) [AB7 Innovation] de la sociedad solicitante que describe un procedimiento de porosificación de gránulos de tortas biodegradables, con el fin de cargarlos en una composición líquida lipófila activa.

25 Para el mismo objetivo que consiste en hacer porosa una estructura para que pueda ser absorbente de los principios activos, Nadine LE BOLAY et al. [LGC ENSIACET - INP Toulouse, LCB, CIRIMAT - UMR CNRS] han puesto a punto un procedimiento para la producción por trituración conjunta de materiales compuestos porosos biodegradables para uso ortopédico. Aquí, los principios activos se incorporan a la estructura por medio de la carga mineral permitiendo modular la actividad celular después del implante.

30 Entran igualmente en esta categoría los polímeros superabsorbentes por su porosidad, puestos en suspensión para uso en agricultura, como se describe en la solicitud de patente internacional WO2009/014824 A2 (29.01.2009) [ABSORBENT TECHNOLOGIES, INC.], obteniéndose estos polímeros a base de almidón y almidón injertado.

35 Si los poros de absorción pueden ser apropiados para la estructura del material propiamente dicho o actuar sobre un material existente, con frecuencia son creados por el contrario durante la elaboración del material. El experto en la técnica utiliza para ello agentes porógenos de diversas naturalezas. El principio consiste en eliminar dichos agentes porógenos, después de la conformación de los objetos que se han de porosificar, por diversas técnicas adaptadas a la naturaleza del agente porógeno utilizado. En este contexto, varios documentos, que datan al menos de las tres últimas décadas, describen la aplicación de estos procedimientos.

40 El documento EP0012407 B1 (10.12.1978) [Parmit GmbH Porosierungsmittel für Baustoffindustrie (DE)] describe un procedimiento para producir un agente porógeno para la fabricación de objetos porosos conformados de tierra arcillosa o arcilla, mezclado con un material combustible pulverulento finamente granuloso con espuma y luego granulados. Esta tecnología basada en el uso de al menos un agente porógeno es utilizada igualmente por los expertos en la técnica en diferentes campos: EP0140757 A2 (29.09.1983) [HABIA CABLE S.A.] para la capa aislante de cable coaxial; EP0784490 B1 (03.10.1995) [Cohésion Technologies, Inc.] para la elaboración de implantes biomédicos que presentan diferentes características de biodegradabilidad; EP1000964 A1 (05.11.1999) [Institut Français du Pétrole] para la elaboración de materiales alveolares que comprenden al menos un polímero termoplástico, al menos una resina epoxídica modificada y al menos un agente porógeno o el producto de degradación de dicho agente porógeno; EP1436019 B1 (16.10.2001) [Biocomposites Limited Staffordshire] para un procedimiento para preparar un material biodegradable destinado a aplicaciones médicas; EP1520593 B1 (30.09.2003) [ADC Advanced Dental Care GmbH & CO KG] para un procedimiento para producir un material para sustitución ósea utilizando al menos un agente porógeno; EP2228127A1 (27.02.2009) [Commission à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives] para un procedimiento para preparar partículas de sílice porosas usando un agente porógeno soluble en agua, siendo eliminado a continuación dicho agente porógeno por disolución.

55 Esta tecnología es globalmente difícil de aplicar en la medida en que la utilización de materiales intrínsecamente porosos requiere una etapa de esterilización o purificación previa para eliminar los elementos indeseables que se encuentran en los poros. De manera similar, la utilización de agentes porógenos requiere un buen conocimiento de los medios de su eliminación de la estructura, lo que puede ser una operación pesada y arriesgada para la cohesión del material porosificado obtenido.

Más comúnmente, el experto en la técnica utiliza procedimientos para incorporar sustancias activas, tanto sólidas como líquidas, directamente en los materiales de soporte, durante la elaboración de dichos materiales. Este es, por ejemplo, el objeto reivindicado en ciertas solicitudes de patente.

5 El documento EP0529976 A1 (22.08.1991) [EI. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY] describe la composición de partículas de liberación lenta de herbicidas, obtenidas mezclando directamente: una a tres especies de herbicidas; cera de parafina; uno o varios polímeros naturales o sintéticos que tienen un esqueleto hidrocarbonado y una carga sólida particular. Dicha mezcla se conforma por técnicas conocidas por el experto en la técnica.

10 El documento EP2226309 A1 (04.03.2009) [Daniela STERNINI] describe una composición agrícola preparada mezclando directamente: un polímero superabsorbente; un material higroscópico de origen vegetal; un plastificante natural y fertilizantes y/o pesticidas, así como otros aditivos habitualmente utilizados en agricultura.

El documento EP2718245 A1 (13.06.2011) [UAB « ARVI » ir ko] describe un procedimiento para producir una mezcla de fertilizante - *nitrógeno, fósforo y potasio* (NPK) - granulada, comprendiendo dicha mezcla componentes sólidos mezclados y triturados en un mezclador, humidificados con agua y/o vapor de agua, granulados, secados, fraccionados en un mezclador y acondicionados.

15 También es usual cargar los gránulos de principios activos después de su conformación. Como por ejemplo en la patente BRPI0817715 A2 (30.09.2014) [OMS INVESTMENTS INC.] que describe un procedimiento particular que consiste en preparar gránulos para el control de malas hierbas cuyos ingredientes herbicidas se aplican a la superficie de dichos gránulos por recubrimiento. El gránulo, cuyo material de base no tiene ninguna función activa, sirve de soporte que se disgrega cuando se humedece para liberar los herbicidas.

20 Para mejorar la homogeneidad del reparto de los agentes activos en los soportes según los procedimientos descritos, los materiales se reducen a polvo durante el mezclamiento antes de la conformación de los productos terminados, generalmente por granulación. Se puede citar un ejemplo de los documentos que describen esta tecnología.

25 El documento EP0880995 A2 (28.05.1998) [Morimoto, Kiyoshi Shizuoka] describe un método y un dispositivo para granular material en polvo. Este procedimiento que permite mezclar el polvo del material soporte con la solución activa antes de la granulación es muy complejo. Lo mismo ocurre con el aparato y procedimiento que permite producir gránulos en forma de perlas a partir de un polvo, descrito por el documento EP0227508 A2 (10.08.1988) [DOW CHEMICAL CO]. Hay además tanta complejidad como para el procedimiento y el sistema de granulación de polvo descritos por CA2844198 (27.02.2014) [FORSYTHE & LONG INGINERING].

30 Estos procedimientos que tratan polvos cargados con composiciones activas necesariamente antes de la granulación presentan varias desventajas. Dichos procedimientos son complejos de realizar. Además de la complejidad de su proceso de realización, dichos procedimientos presentan los mismos inconvenientes técnicos que los que utilizan los agentes porógenos descritos anteriormente. Todos estos procedimientos proporcionan productos acabados listos para usar que, económicamente, presentan la gran desventaja de no poder ser adaptables a una solicitud inesperada que llegue después de la elaboración de los soportes cargados, en relación con una utilización particular o un cambio en la definición de objetivos que alcanzar por el usuario. Dado que los soportes cargados que resultan de estas tecnologías están restringidos a un objetivo preciso, los productos de una campaña, no utilizados debido a la sobreproducción o debido a un cambio inesperado de objetivos después de realizar el pedido, pueden ser destinados en principio a una destrucción en vano.

40 El objeto de la presente invención es, por tanto, un procedimiento de elaboración de un material compuesto biodegradable no poroso convertido en hidro- y/o lipo-absorbente que sirve para la obtención de diversos objetos sólidos conformados que sirven como materia prima para cargar a posteriori en composiciones activas líquidas hidrófilas y/o lipófilas que comprenden al menos un principio activo destinado a ser suministrado de forma controlada y continua a un medio, comprendiendo dicho procedimiento las etapas siguientes:

- 45 a) elegir el material sólido de base o la mezcla de varios materiales sólidos de base de origen natural o sintético;
- b) mezclar el material sólido de base obtenido en a) con agentes de co-formulación sólidos de cohesión y co-absorbentes sólidos;
- c) reducir a polvo la mezcla de los materiales sólidos obtenida en b);
- d) humidificar la mezcla obtenida en c) en una proporción comprendida entre 9% y 13,5%;
- 50 e) añadir los agentes de co-formulación líquidos de cohesión y los co-absorbentes líquidos a la mezcla humidificada en d) para obtener un polvo fino o una sémola;
- f) almacenar dicho polvo fino o dicha sémola obtenido en e) para su maduración;
- g) conformar dicho polvo fino o dicha sémola obtenido en la etapa f) en objetos sólidos no porosos hidro- y/o lipo-absorbentes;

- h) almacenar los objetos sólidos no porosos hidro- y/o lipo-absorbentes obtenidos en g) en recipientes estancos a la humedad;
- i) incorporar a posteriori al menos una composición activa líquida o convertida en ella, lipófila o hidrófila, en dichos objetos sólidos no porosos obtenidos en la etapa h) para obtener objetos sólidos activos;
- 5 j) recubrir si es necesario los objetos sólidos activos obtenidos en i);
- k) almacenar los objetos sólidos activos obtenidos en i) o si es necesario en j) en recipientes estancos.

10 Sorprendentemente, los objetos sólidos obtenidos a partir del material compuesto no poroso absorben composiciones activas líquidas hidrófilas y/o lipófilas mediante la adición de co-absorbentes que forman una red de mechas hidro- y/o lipo-absorbentes en la masa de dicho material. Los co-absorbentes sólidos son polímeros biodegradables, de origen natural o no. Se eligen entre polisacáridos, gomas naturales o una de sus mezclas.

El procedimiento según la invención es discontinuo, en la medida en que comprende etapas de almacenamiento que son etapas de ruptura parcial del proceso. En efecto:

- la etapa f) de almacenamiento del polvo fino o de la sémola es necesaria para su maduración, lo que permite completar la uniformización de la distribución de las sustancias líquidas en la masa de polvo;
- 15 - la etapa h) del almacenamiento de objetos sólidos no porosos formados para favorecer una gestión flexible de estos productos intermedios durante las operaciones de su carga en al menos una composición activa líquida que puede variar para un mismo lote de objetos producidos.

Los materiales sólidos de base utilizados para la obtención del material según la invención se eligen entre biopolímeros lignocelulósicos, glucídicos, proteínicos, simples o en asociación en estructuras naturales o sintéticas.

20 Según un aspecto de la invención, los materiales de origen natural se obtienen preferiblemente de subproductos agroindustriales. Se trata por ejemplo, sin que por ello esta lista sea exhaustiva, de tortas de girasol, de soja y de semillas de uvas, sino también de poso de café, de salvado de trigo, de mazorcas de maíz, de pulpa de remolacha, de harina de trigo, de harina de maíz o de proteínas animales transformadas.

25 Los materiales naturales de base para la elaboración del material según la invención se pueden elegir entre fibras procedentes de la industria textil que trata el miscanthus, el cáñamo o el lino, no siendo esta lista exhaustiva. Las fibras vegetales sirven particularmente para la consolidación del material compuesto según el procedimiento de la invención para obtener objetos que presentan una alta resistencia mecánica.

30 De acuerdo con la realización de la invención, los agentes de co-formulación sólidos de cohesión se seleccionan entre aglomerantes como, por ejemplo, resinas vegetales, parafinas, gomas naturales, tales como de xantano, guar, derivados celulósicos, aislado de soja, caseína, gelatina o sus mezclas. Sirven para la realización y la consolidación del material durante la conformación de objetos sólidos activos a partir del polvo y/o la sémola de los materiales de base.

35 Con el fin de optimizar tanto la mezcla de materiales sólidos como la distribución homogénea de los materiales líquidos en la mezcla de materiales sólidos, estos se reducen a polvo cuya granulometría de partículas varía entre 1 micrómetro y 3 milímetros, preferiblemente entre 10 micrómetros y 500 micrómetros

40 Es necesaria la humidificación según la invención de la mezcla de los materiales sólidos antes de su reducción a polvo con el fin de que sea técnicamente posible conformar los objetos, particularmente cuando se usan métodos de prensado que requieren una humedad comprendida entre 9% y 13% para proporcionar suficiente plasticidad de conformación a los materiales sólidos. La humidificación se realiza teniendo en cuenta la humedad ya presente en estos materiales sólidos para alcanzar proporciones entre 9% y 13,5%.

De acuerdo con la invención, los co-absorbentes que permiten la absorción de composiciones activas líquidas lipófilas por afinidad se eligen entre sustancias líquidas lipófilas que pueden ser aceites de origen vegetal o de origen animal, o aceites minerales, así como una de sus mezclas.

45 De acuerdo con la invención, los co-absorbentes que permiten la absorción de composiciones activas líquidas hidrófilas por afinidad se eligen entre sustancias líquidas anfífilas elegidas entre glicerol, alcoholes de cadena carbonada larga o disolventes orgánicos comúnmente usados y conocidos por los expertos en la técnica o sus mezclas compatibles con las composiciones activas líquidas y que no participen en un aumento de la humedad de los materiales sólidos a pesar de su naturaleza hidrófila.

50 Según un modo de realización del objeto de la invención, uno o varios co-absorbentes lipófilos y uno o varios co-absorbentes hidrófilos se pueden mezclar en la misma estructura que puede así absorber indistintamente composiciones activas hidrófilas y composiciones activas lipófilas o una de sus mezclas.

Según un aspecto ventajoso de la invención, los co-absorbentes se destinan a la formación de una red de mechas

lipófilas y/o hidrófilas en la masa del material compuesto biodegradable no poroso para convertir dicho material en hidro- y/o lipo-absorbente, sirviendo dichas mechas de vías de penetración, de difusión y de liberación de las composiciones activas líquidas en dicho material compuesto biodegradable no poroso.

5 Según un modo preferido de realización de la invención, se añaden co-absorbentes tanto sólidos como líquidos en proporciones que varían entre 1% y 50% en peso con relación al peso total del material compuesto biodegradable no poroso hidro- y/o lipo-absorbente, preferiblemente entre 5% y 50% en peso. La densidad de la red de mechas absorbentes es proporcional a la proporción de co-absorbentes añadidos. Es debido a la proporción de co-absorbentes por lo que la cantidad de composición activa líquida a absorber puede ser limitada, esta cantidad condiciona proporcionalmente el caudal y la duración del suministro de dicha composición activa. Este límite se establece experimentalmente en función de la naturaleza del material compuesto biodegradable no poroso, la naturaleza de los co-absorbentes así como la naturaleza de la composición activa líquida absorbida.

10 Según un modo de realización de la invención, los objetos sólidos absorbentes, dependiendo de su utilización, se pueden conformar en pelets o gránulos de dimensiones que varían entre 2 milímetros y 1 centímetro de diámetro por 2 milímetros a 4 centímetros de largo. Igualmente pueden tener forma de placas de 10 centímetros por 1 metro de lado, o de poliedros.

La conformación de dichos objetos según la invención se realiza por prensado a alta presión, por termoprensado, por prensado con granulación o por extrusión con granulación del polvo fino o de la sémola, a temperaturas que tienen en cuenta la temperatura de degradación de los componentes de dicho polvo fino o dicha sémola.

20 Dichos objetos hidro- y/o lipo-absorbentes elaborados según el procedimiento de la invención constituyen una materia prima almacenable, utilizable según se desee y según las necesidades para la producción de objetos acabados cargados en composiciones activas líquidas o convertidas en ellas, de naturaleza hidrófila o lipófila y que sirven en general de difusores localizados para liberación controlada.

La carga de la composición activa líquida de objetos sólidos absorbentes según la invención se realiza por diferentes procedimientos conocidos por los expertos en la técnica, con la posibilidad de realizarlos a vacío, a saber:

- 25
- por pulverización de la composición activa líquida sobre los objetos sólidos absorbentes con agitación de la mezcla en un dispositivo preferiblemente cerrado;
 - por imbibición de corta duración de los objetos sólidos absorbentes en la composición activa líquida por aportes sucesivos de pequeñas cantidades de dicha composición activa líquida en el dispositivo de imbibición con agitación.

30 Las cantidades de composición activa líquida que contienen al menos un principio activo absorbido en los objetos sólidos absorbentes según el modo de realización de la invención varían de 5% a 50% en peso con relación al peso del objeto sólido activo.

35 Ventajosamente, la composición activa líquida que contiene al menos un principio activo absorbido en los objetos sólidos según la invención está así protegida de los efectos de diversos factores físicos, químicos o biológicos. Permanece estable tanto cualitativamente como cuantitativamente durante el almacenamiento de dichos objetos sólidos activos, lo que garantiza una gran fiabilidad en su utilización.

40 Las composiciones activas líquidas contienen al menos un agente activo disuelto en un disolvente lipófilo o hidrófilo. Según la funcionalidad buscada de acuerdo con la invención, dichos principios activos se eligen entre abonos, bioestimulantes, sustancias fitosanitarias, herbicidas, biocidas, fungicidas, bactericidas, insecticidas, repelentes de insectos, atrayentes, repelentes, feromonas, antiparásitos, anti-plagas, rodenticidas, perfumes, aceites esenciales, extractos de plantas o una mezcla de ellos.

45 La composición activa líquida incorporada en el objeto activo del material no poroso, convertido en hidro- y/o lipo-absorbente según el procedimiento de la invención, será suministrada por el objeto activo a un caudal controlado y de manera continua. El caudal de liberación de la composición activa es función de la proporción de «mechas» en la masa del material compuesto, de la proporción incorporada de dicha composición activa y de la naturaleza del o de los principios que la componen. De hecho, según un modo de realización de la invención, los principios activos pueden ser moléculas pesadas que no pueden ser liberadas por el material más que a la velocidad de migración de su medio de disolución, mientras que las moléculas volátiles serán liberadas más rápidamente por evaporación en la superficie del soporte. Por tanto, según otro modo de realización del procedimiento de la invención, el objeto activo que lleva por ejemplo moléculas ligeras está revestido preferiblemente por una fina capa de una sustancia que tiene un punto de fusión comprendido entre 35 y 80°C, para un mejor control del caudal de liberación. Esta sustancia se elige entre parafinas sólidas a temperatura ambiente, ceras naturales, aceites vegetales hidrogenados, grasas vegetales o animales o incluso polímeros sintéticos o naturales hidrófilos (poliéteres) de cadenas largas. La presencia de mechas hidrófilas y/o lipófilas dentro de la masa del material no modifica su biodegradabilidad.

55 Los productos acabados obtenidos según el procedimiento de la invención presentan una dureza y una resistencia elevadas a los choques, lo que se explica por el hecho de que su manipulación no produce más que entre 2% y 10%

en peso de finos, más comúnmente entre 2% y 5% en peso para los gránulos. Las plaquetas, por el contrario, prácticamente no producen. Se llaman finos el polvo de la materia debido a la fricción entre los objetos. La resistencia de los objetos activos se puede reforzar por un recubrimiento con grasa solidificada.

- 5 Según un aspecto de la invención, los objetos obtenidos son de funcionalidades diversas elegidas precisamente para el objeto de su utilización. En consecuencia, son utilizables en agricultura, alimentación, medicina veterinaria, producción ganadera, alimentación animal, higiene, perfumería, tratamiento ambiental o mantenimiento de espacios verdes.

Ejemplo 1

I. Formulación del material compuesto

- 10 a) Torta de girasol como material de base sólido se microniza en un mezclador;
- b) 870 gramos de torta de girasol micronizada, que contiene 9% de humedad, se introducen en un reactor;
- c) después de agitar a 500 rpm durante 5 minutos, se añaden 29,6 gramos de agua en pequeñas dosis para una humidificación adicional hasta 12% de humedad, siempre con agitación durante 5 minutos;
- d) se añaden 100 gramos de glicerol como primer co-absorbente, siempre con agitación durante 5 minutos;
- 15 e) se añade gota a gota 1 gramo de aceite de ricino como segundo co-absorbente, siempre con agitación;
- f) la mezcla se deja en agitación durante otros 5 minutos para obtener el polvo que se almacena en un recipiente hermético.

II. Fabricación de gránulos cilíndricos

- 20 a) El polvo obtenido en *I.f.* se coloca en la tolva de alimentación de una prensa granuladora con hilera vertical (14-175, Amandus Kahl) con una potencia de compresión PW36;
- b) se procede al prensado con una rotación de los rodillos ajustada al 40% de la velocidad máxima y una altura de las cuchillas de corte ajustada a 3 centímetros para obtener gránulos cilíndricos de 1 centímetro de largo por 6 milímetros de diámetro;
- c) los gránulos obtenidos se almacenan en un recipiente hermético.

25 III. Incorporación a posteriori en los gránulos del principio activo: salicilato de metilo

- a) 85 gramos de gránulos obtenidos en la etapa precedente se introducen en un reactor de baño de aceite de vidrio, se agitan a 500 rpm y se ajusta la temperatura a 65°C;
- b) se pulverizan 15 gramos de salicilato de metilo (Reagent plus > 99%, Sigma Aldrich) en el reactor siempre con agitación, en sucesivas secuencias de 5 minutos intercaladas con una pausa;
- 30 c) el reactor se mantiene en agitación a 200 rpm hasta la incorporación completa del salicilato de metilo. El calentamiento se corta después de una hora para enfriamiento hasta la temperatura ambiente;
- d) a continuación se tamizan los gránulos con la ayuda de un tamiz metálico de 2,8 mm de abertura de malla. Las partículas finas se evalúan y pesan. Se evalúan en 3,1% de la masa total del producto cargado de principio activo;
- 35 e) luego los gránulos activos obtenidos se almacenan en un recipiente hermético.

Ejemplo 2

I. Formulación del material compuesto

- 40 a) 900 gramos de proteínas animales transformadas (P.A.T. Categoría 3) que contiene 10% de humedad, como material sólido de base, se mezclan en un mezclador con 50 gramos de torta de semilla de uva que contiene 11% de humedad como agente de co-formulación sólido, y luego se microniza la mezcla;
- b) luego, la mezcla sólida micronizada obtenida en a) se coloca en un reactor;
- c) después de agitación a 500 rpm durante 5 minutos, se le añaden como humidificador en pequeñas dosis 50 gramos de digestato líquido que comprenden 4% de materia seca, siempre con agitación durante 5 minutos;
- d) se añaden 100 gramos de glicerol como primer co-absorbente siempre con agitación durante 5 minutos;
- 45 e) se añade gota a gota 1 gramo de aceite de colza como segundo co-absorbente, siempre con agitación;

f) la mezcla se deja en agitación durante otros 5 minutos, para obtener el polvo que se almacena en un recipiente hermético.

II. Fabricación de gránulos cilíndricos

5 a) El polvo obtenido en *I.f* se coloca en la tolva de alimentación de una granuladora con hilera vertical (14-175, Amandus Kahl) de potencia de compresión PW38;

b) se procede al prensado con una rotación de los rodillos ajustada al 40% de la velocidad máxima y una altura de las cuchillas de corte ajustada a 3 centímetros para obtener gránulos cilíndricos de 1 centímetro de largo por 6 milímetros de diámetro;

c) los gránulos obtenidos se almacenan en un recipiente hermético.

10 **III. Incorporación en los gránulos de digestato líquido como composición activa**

a) 70 gramos de gránulos obtenidos en la etapa anterior se introducen en un reactor de vidrio agitado a 500 rpm;

b) se pulverizan 30 gramos de digestato líquido en el reactor siempre con agitación, en sucesivas secuencias de 5 minutos intercaladas con una pausa;

c) el reactor se mantiene en agitación a 200 rpm hasta la incorporación completa del digestato;

15 d) los gránulos se tamizan a continuación a través de un tamiz de 2,8 mm de malla. Se recupera y pesa el polvo fino. Representa el 4,1% de la masa total del producto cargado;

e) luego los gránulos activos obtenidos se almacenan en un recipiente hermético.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de elaboración de un material compuesto biodegradable no poroso convertido en hidro- y/o lipo-absorbente que sirve para la obtención de diversos objetos sólidos conformados para ser cargados a posteriori en composiciones activas líquidas hidrófilas y/o lipófilas que comprenden al menos un principio activo destinado a ser suministrado de forma controlada y continua a un medio, caracterizado por que comprende las etapas siguientes:
- 5 a) elegir el material sólido de base o la mezcla de varios materiales sólidos de base de origen natural o sintético;
 - b) mezclar el material sólido de base obtenido en a) con agentes de co-formulación sólidos de cohesión y co-absorbentes sólidos;
 - c) reducir a polvo la mezcla de los materiales sólidos obtenida en b);
 - 10 d) humidificar la mezcla obtenida en c) en una proporción comprendida entre 9% y 13,5%;
 - e) añadir los agentes de co-formulación líquidos de cohesión y los co-absorbentes líquidos a la mezcla humidificada en d) para obtener un polvo fino o una sémola;
 - f) almacenar dicho polvo fino, o dicha sémola, obtenido en e) para su maduración;
 - 15 g) conformar dicho polvo fino, o dicha sémola, obtenido en la etapa f) en objetos sólidos no porosos hidro- y/o lipo-absorbentes;
 - h) almacenar los objetos sólidos no porosos hidro- y/o lipo-absorbentes obtenidos en g) en recipientes estancos a la humedad;
 - i) incorporar a posteriori al menos una composición activa líquida o convertida en ella, lipófila o hidrófila, en dichos objetos sólidos no porosos obtenidos en la etapa h) para obtener objetos sólidos activos;
 - 20 j) recubrir si es necesario los objetos sólidos activos obtenidos en i);
 - k) almacenar los objetos sólidos activos obtenidos en i), o si es necesario en j), en recipientes estancos.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que los materiales sólidos de base son biopolímeros lignocelulósicos, glucídicos y proteínicos libres o en asociación en estructuras naturales o sintéticas.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por que los materiales sólidos de base son subproductos agroindustriales seleccionados entre tortas de girasol, de soja o de semillas de uvas, mazorca de maíz, poso de café, salvado de trigo, pulpa de remolacha, harina de trigo, harina de maíz, proteínas animales transformadas o una de sus mezclas.
- 25 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por que los materiales sólidos de base natural son fibras vegetales de miscanthus, cáñamo, lino o una de sus mezclas.
- 30 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que los agentes de co-formulación sólidos de cohesión son resinas vegetales, parafinas, gomas naturales, derivados celulósicos, aislado de soja, caseína, gelatina o una de sus mezclas.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que los co-absorbentes sólidos son polímeros biodegradables, de origen natural o no, que presentan una afinidad con la composición activa líquida que se ha de absorber.
- 35 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que los co-absorbentes sólidos son polisacáridos, gomas naturales o una de sus mezclas.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los co-absorbentes son sustancias líquidas anfífilas elegidas entre glicerol o alcoholes de cadena larga carbonada compatibles con la composición activa líquida que se ha de absorber, o una de sus mezclas.
- 40 9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los co-absorbentes son sustancias líquidas lipófilas elegidas entre aceites de origen vegetal o animal, aceites minerales o una de sus mezclas.
10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que los co-absorbentes se añaden en el polvo o en la sémola en proporciones que varían entre 1% y 50% en peso con relación al peso total de dicho material compuesto biodegradable no poroso.
- 45 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que los co-absorbentes están destinados a la formación de una red de mechas absorbentes hidrófilas y/o lipófilas en la masa de

dicho material compuesto biodegradable no poroso.

12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que las mechas hidrófilas y/o lipófilas sirven de vías de penetración de dicha composición activa líquida o convertida en ella, hidrófila o lipófila, en dicho material compuesto biodegradable no poroso.

5 13. Objetos activos de material compuesto biodegradable no poroso, hidro- y/o lipo-absorbente, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizados por que están en forma de gránulos de dimensiones que varían entre 2 milímetros y 1 centímetro de diámetro por 2 milímetros a 4 centímetros de largo.

14. Objetos activos según la reivindicación 13, caracterizados por que están en forma de placas de 10 centímetros por 1 metro de lado, o de poliedros.

10 15. Objetos activos según una cualquiera de las reivindicaciones 13 o 14, caracterizados por que están cargados en composiciones activas líquidas que comprenden al menos un principio activo que tiene la función de abono, de bioestimulante, de sustancia fitosanitaria, de herbicida, de biocida, de insecticida, de repelente de insectos, de atrayente, de repelente, de feromona, de antiparásitos, de anti-plagas, de rodenticidas, de perfume, de aceite esencial, de extracto de plantas o una de sus mezcla.

15 16. Objetos activos según una de las reivindicaciones 13 a 15, caracterizados por que la proporción de composiciones activas líquidas absorbidas varía entre 5% y 50% en peso con relación al peso de los objetos activos.

17. Utilización de objetos activos según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en agricultura, alimentación humana o animal, producción ganadera, medicina veterinaria, higiene, perfumería, tratamiento ambiental o mantenimiento de espacios verdes.