

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 745 410**

51 Int. Cl.:

**B01J 2/12** (2006.01)

**C05C 9/00** (2006.01)

**B05B 13/02** (2006.01)

**C05G 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.11.2005 PCT/CA2005/001814**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.06.2006 WO06058422**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.11.2005 E 05814414 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2019 EP 1827714**

54 Título: **Procedimiento y aparato para recubrir un producto de liberación controlada en un tambor giratorio**

30 Prioridad:

**30.11.2004 US 631409 P**

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

**02.03.2020**

73 Titular/es:

**AGRIUM INC. (100.0%)  
13131 Lake Fraser Drive S.E. Calgary  
Alberta T2J 7E8, CA**

72 Inventor/es:

**XING, BAOZHONG;  
WILMS, LAWRENCE, ARTHUR;  
WYNNYK, NICK, PETER;  
FORD, ROBERT, GLEN;  
BABIAK, NICOLETTE, MARY y  
EASTHAM, DAVID, J.**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 745 410 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 y aparato para recubrir un producto de liberación controlada en un tambor giratorio

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado y a un aparato para recubrir un sustrato en un tambor giratorio.

### 5 Antecedentes

Típicamente, los gránulos de fertilizante se recubren en un tambor giratorio mediante pulverización y/o goteo de componentes de recubrimiento sobre la superficie superior del lecho granular de fertilizante. En este procedimiento, los materiales de recubrimiento, tal como aceite de ricino e isocianato, no penetran fácilmente en el lecho granular. Una de las razones de esto es su alta viscosidad y tensión superficial, que inhibe la penetración en el lecho granular. Debido a que estos materiales de recubrimiento no penetran fácilmente en el lecho, primero recubren la superficie del tambor y luego se transfieren a la superficie de los gránulos de fertilizante. En este procedimiento de dos etapas, los materiales de recubrimiento no pueden extenderse eficazmente sobre la superficie de los gránulos de fertilizante dentro del tiempo que tarda el aceite de ricino y el isocianato en reaccionar para formar poliuretano (aproximadamente cuatro minutos a 75 °C). Existe un problema similar cuando se utilizan otros materiales de recubrimiento, tal como otros polímeros termoplásticos o polímeros termoestables. En consecuencia, el material de recubrimiento curado o seco se acumula en la superficie del tambor. Este recubrimiento acumulado en la superficie del tambor se llama "ensuciamiento".

En los procedimientos de la técnica anterior, el ensuciamiento es grave, especialmente en la superficie del tambor alrededor de las boquillas de material de recubrimiento. En muchos casos, el tambor de recubrimiento debe limpiarse cada dos semanas. El procedimiento de limpieza no solo es costoso, sino que las interrupciones de producción y el mayor consumo de materia prima afectan negativamente a las ganancias netas.

Además, el ensuciamiento afecta negativamente a la calidad del producto de liberación controlada.

La calidad del recubrimiento (y, por lo tanto, el rendimiento del producto) se reduce en los procedimientos de la técnica anterior, ya que hay una oportunidad limitada para que los materiales de recubrimiento se mezclen en las proporciones estequiométricas necesarias para formar el recubrimiento óptimo deseado en los gránulos de sustrato. Por ejemplo, el isocianato generalmente se derrama sobre la superficie de los gránulos en una línea estrecha, mientras que el aceite de ricino se derrama o se pulveriza. En cualquier caso, la oportunidad de mezclar estos dos componentes entre sí y en la superficie de los gránulos es limitada, incluso si el isocianato y el aceite de ricino se suministran de manera sustancialmente simultánea. Una razón para esto es que los gránulos que se mueven en un tambor giratorio exhiben un flujo de capa lineal, con una lenta mezcla lateral entre capas.

Se han hecho intentos para mejorar el procedimiento de recubrimiento en un tambor giratorio. Un enfoque ha sido sumergir las boquillas del inyector en el lecho de fertilizante para que los componentes del recubrimiento se inyecten en el lecho de fertilizante inmediatamente debajo de la superficie del lecho. (Véanse, por ejemplo, los documentos US 5.374.292; US 5.547.486; US 5.858.094 y US 6.537.611). Sin embargo, todavía existe la necesidad en la técnica de mejorar aún más la mezcla y reducir el ensuciamiento para aumentar la eficiencia del procedimiento de recubrimiento.

El documento EP 0 080 199 A2 divulga un procedimiento para recubrir un sustrato en un tambor que comprende al menos un medio mecánico para crear un orificio o cavidad en el sustrato, comprendiendo el procedimiento las etapas de rotar el tambor para hacer que al menos un medio mecánico cree una cavidad u orificio en el sustrato, dispensando material de recubrimiento en la cavidad u orificio y secando el sustrato. El documento EP 0 545 044 A2 describe un tambor similar en el que un canal de aireación está dispuesto de tal manera que partes del mismo llegan al lecho de sustrato.

El documento EP 0 609 444 B1 divulga un concepto de recubrimiento de granulación que comprende un tambor giratorio equipado con elementos deflectores que se colocan en la capa de polvo y gránulos para generar agitación y, por lo tanto, una granulación y un recubrimiento uniformes. En el tambor se proporcionan medios para el suministro de material de recubrimiento al polvo/gránulos.

### Sumario

En un aspecto amplio de la invención, se proporciona un procedimiento para recubrir un sustrato en un tambor giratorio, en el que se crea una cavidad en un lecho de sustrato mediante unos medios de arado, en cuya cavidad se suministran materiales de recubrimiento, en el que los materiales de recubrimiento se suministran detrás de los medios de arado.

En un aspecto amplio adicional, se proporciona un tambor giratorio para el recubrimiento de un sustrato que

comprende una zona de mezcla y una zona de secado, en el que la zona de mezcla comprende (a) uno o más medios arado para crear una cavidad en un lecho de sustrato, y (b) uno o más medios para entregar materiales de recubrimiento al tambor ubicado detrás del arado.

**Breve descripción de los dibujos**

- 5 La figura 1 ilustra el flujo de capa lineal de gránulos de sustrato en un tambor giratorio.  
La figura 2 muestra la entrega simultánea de recubrimiento de polímero, premezcla y/o monómeros en un orificio o cavidad en un lecho granular creado por un arado en un tambor giratorio de acuerdo con una realización de la invención.  
La figura 3 muestra varias formas posibles para un arado para su uso en un procedimiento de la invención.
- 10 La figura 4 muestra el goteo simultáneo de recubrimiento de polímero, premezcla y/o monómeros a lo largo de la parte posterior de un arado en múltiples ubicaciones sobre y/o en un lecho granular de sustrato de acuerdo con una realización de la invención.  
La figura 5 muestra el uso del arado de la figura 4 para suministrar simultáneamente recubrimiento de polímero, premezcla y/o monómeros en un orificio o cavidad en un lecho granular creado por el arado.
- 15 La figura 6 muestra el uso de dispositivos de enterramiento para enterrar materiales de recubrimiento en un orificio o cavidad en un lecho granular creado por un arado de acuerdo con una realización de la invención.  
La figura 7 muestra la colocación de un arado en la zona húmeda de un tambor giratorio y el efecto sobre la zona seca cuando las boquillas de inyección se colocan delante y detrás del arado de acuerdo con diferentes realizaciones de la invención.
- 20 La figura 8 muestra una estructura deflectora y de orientación en la zona seca de la figura 7 de acuerdo con una realización de la presente invención.

**Descripción detallada**

25 Sorprendentemente, se ha encontrado que en un procedimiento para recubrir gránulos de fertilizante en un tambor giratorio, hay reducción significativa en el ensuciamiento cuando se utilizan unos medios de arado para crear un orificio o cavidad en el lecho granular de fertilizante, entregándose los materiales de recubrimiento detrás de los medios de arado en el orificio o cavidad creado.

30 El procedimiento mejorado de la invención no solo reduce el ensuciamiento, sino que también mejora el mezclado de los gránulos de fertilizante con materiales de recubrimiento. Se observa un perfil de liberación controlada mejorado, lo que sugiere que los materiales de recubrimiento se distribuyen de manera más uniforme en los gránulos debido a la mezcla mejorada. La mezcla mejorada también reduce el tiempo requerido para recubrir los gránulos de fertilizante, lo que resulta en tiempos de tambor de residencia más cortos y una mayor eficiencia.

35 Aunque los sustratos preferidos son fertilizantes y nutrientes de plantas, el procedimiento de la invención se podría aplicar a una variedad de otros sustratos. Otros ejemplos de sustratos incluyen medicamentos, vitaminas, etc., cualquier sustrato para el cual la entrega de liberación controlada sería beneficiosa y que puede recubrirse en un tambor giratorio.

40 Si un material fertilizante o nutriente vegetal está recubierto, el material fertilizante o nutriente vegetal comprende preferiblemente un compuesto soluble en agua. Preferiblemente, el nutriente vegetal comprende un compuesto que contiene nitrógeno, fósforo, potasio, azufre, micronutrientes, o una mezcla de los mismos. Un nutriente vegetal preferido comprende urea. Otros ejemplos de nutrientes vegetales útiles son sulfato de amonio, fosfato de amonio, fosfato de diamonio y mezclas de los mismos. Ejemplos de micronutrientes útiles incluyen cobre, zinc, boro, manganeso, hierro y sus mezclas. Materiales útiles de nutrientes para plantas también se describen en los documentos US 5.538.531 y US 6.358.296.

45 Una variedad de recubrimientos se puede usar en el sustrato. Preferiblemente, se usa un recubrimiento de polímero, y más preferiblemente un polímero termoestable. Ejemplos de polímeros termoestables incluyen los derivados de resinas fenólicas, aminoplásticas o epoxídicas, algunos poliésteres, polisulfuros y poliuretanos. El polímero termoestable se deriva preferiblemente de una resina epoxídica. Aún más preferiblemente, el polímero termoestable es un poliuretano o un poliuretano sustituido.

En una realización preferida, el polímero termoestable se forma haciendo reaccionar un poliol o una mezcla de polioles y un isocianato o una mezcla de isocianatos. El poliol puede ser cualquier poliol terminado en hidroxilo, tal

como un poliéter, poliéster, policarbonato, polidieno, policaprolactona o una mezcla de los mismos. Se prefieren los polioles tales como polihidrocarburos terminados en hidroxilo, poliformales terminados en hidroxilo, triglicéridos de ácidos grasos, poliésteres terminados en hidroxilo, poliésteres terminados en hidroximetilo, perfluorometilenos terminados en hidroximetilo, glicoles de polialquileno-éter, polialquileno-arileno-éter-glicoles y polialquileno-éter-trioles-alquileno-tri-glicoles. Los polioles preferidos incluyen polietilenglicoles, poliésteres de ácido adípico y etilenglicol, poli (butilenglicol), poli (propilenglicol) y polibutadieno terminado en hidroxilo (véase, por ejemplo, la patente británica n.º 1.482.213). Más preferidos son los poliéter-polioles y los más preferidos son los poliéter-polioles que tienen un peso molecular en el intervalo de aproximadamente 60 a aproximadamente 20.000, más preferiblemente de aproximadamente 60 a aproximadamente 10.000 y lo más preferiblemente de aproximadamente 60 a aproximadamente 8.000.

Polioles preferidos también se describen en el documento US 5.538.531. En el documento US 5.538.531, se describen polioles que tienen de aproximadamente 2 a aproximadamente 6 grupos hidroxilo, y preferiblemente que tienen al menos un resto alifático C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>.

Más preferiblemente, el polioliol es aceite de ricino o una mezcla de aceite de ricino con otros polioles.

El polioliol también puede derivarse de fuentes naturales, tales como soja, maíz, canola, y similares. Polioles derivados de fuentes naturales pueden usarse, tal como son o pueden usarse para derivar un polioliol sintético, tal como un polioliol sintético basado en aceite de soja, que está disponible comercialmente por parte de Urethane Soy Systems Corp. (Princeton, Illinois).

Otra clase útil de polioles son polioles oleo, como se describe en el documento US 6.358.296.

Una mezcla de polioles también puede usar, por ejemplo, aceite de ricino con glicol de etileno, aceite de ricino con polioliol oleo, aceite de ricino con polietilenglicol, aceite de ricino con glicol de polipropileno, o un polipropileno (o polietileno) mezcla de glicol de diferente grupos finales y peso molecular.

Cualquier isocianato adecuado también puede ser utilizado. Generalmente, el compuesto de isocianato adecuado para su uso puede estar representado por la fórmula general:



en la que i es un número entero de dos o más y Q es un radical orgánico que tiene una valencia de i. Q puede ser un grupo hidrocarbonado sustituido o no sustituido (por ejemplo, un grupo alquileno o arileno). Además, Q puede estar representado por la fórmula:



en la que Q<sup>1</sup> es un grupo alquileno o arileno y Z se elige del grupo que comprende -O-, -OQ<sup>1</sup>-, CO-, -S-, -SQ<sup>1</sup>-S- y -SO<sub>2</sub>-. Ejemplos de compuestos de isocianato que entran dentro del alcance de esta definición incluyen diisocianato de hexametileno, 1,8-diisocianato-p-naftaleno, diisocianato de xililo, (OC-NCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>, l-metil-2, 4-diisocianatociclohexano, fenilendiisocianatos, toliendiisocianatos, clorofenilendiisocianatos, difenilmetano-4,4'-diisocianato, naftaleno-1,5-diisocianato, trifenilmetano-4,4'4"-trisisocianato e isopropilbenceno-alfa-4-diisocianato.

En otra realización, Q puede representar también un radical de poliuretano que tiene una valencia de i. En este caso, Q (NCO)<sub>i</sub> es un compuesto al que comúnmente se hace referencia en la técnica como un prepolímero. Generalmente, se puede preparar un prepolímero haciendo reaccionar un exceso estequiométrico de un compuesto de isocianato (como se describe anteriormente) con un compuesto que contiene hidrógeno activo, preferiblemente los polioles descritos anteriormente. En esta realización, el poliisocianato puede usarse, por ejemplo, en proporciones de aproximadamente 30 por ciento a aproximadamente 200 por ciento de exceso estequiométrico con respecto a la proporción de hidroxilo en el polioliol.

En otra realización, el compuesto de isocianato adecuado para su uso en el procedimiento de la presente invención puede ser seleccionado de dímeros y trímeros de isocianatos y diisocianatos, y partir de diisocianatos poliméricos que tienen la fórmula general:



en la que tanto i como j son números enteros que tienen un valor de 2 o más, y Q'' es un radical orgánico polifuncional. Tales isocianatos pueden usarse junto con compuestos que tienen la fórmula general:



en la que k es un número entero que tiene un valor de 1 o más y L es un átomo o radical monofuncional o polifuncional. Ejemplos de compuestos de isocianato que están dentro del alcance de esta definición incluyen diisocianato de etilfosfónico, diisocianato de fenilfosfónico, compuestos que contienen un grupo =Si-NCO, compuestos de isocianato derivados de sulfonamidas (QSO<sub>2</sub>NCO), ácido cianico y ácido tiocianico.

5 Véase también, por ejemplo, la patente británica n.º 1.453.258 para otros ejemplos de compuestos de isocianato útiles.

Ejemplos no limitativos de isocianatos adecuados incluyen: 1,6-hexametilendiisocianato, 1,4-butilendiisocianato, furfuralideno-diisocianato, 2,4-tolueno-diisocianato, 2,6-tolueno-diisocianato, 2,4'-difenilmetano-diisocianato, 4,4'-difenilmetano-diisocianato, 4,4'- diisocianato de difenilpropano, 4,4'-difenil-3,3'-dimetil metano diisocianato, 1,5-naftaleno diisocianato, 1-metil-2,4-diisocianato-5-clorobenceno, 2,4-diisocianato-s- triazina, 1-metil-2,4-diisocianato ciclohexano, diisocianato de p-fenileno, diisocianato de m-fenileno, diisocianato de 1,4-naftaleno, diisocianato de dianisidina, diisocianato de bitolueno, diisocianato de 1,4-xilileno, diisocianato de 1,3-xilileno bis-(4-isocianatofenil) metano, bis-(3- metil-4-isocianatofenil) metano, polimetilfenilpolisocianatos y sus mezclas.

Isocianatos particularmente preferidos son los descritos en los documentos US 5.538.531 y US 6.358.296.

15 Una mezcla de isocianato puede ser preferible para algunos recubrimientos.

Preferiblemente, el polioliol y el isocianato se utilizan en cantidades tales que la relación de grupos NCO en el isocianato a grupos hidroxilo en el polioliol está en el intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3,0, más preferiblemente de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 2,0, y lo más preferiblemente de aproximadamente 0,9 a aproximadamente 1,1.

20 Además, un polímero termoestable se puede formar mediante el uso de monómeros con grupos terminados en mercaptano o terminados en amina. Por ejemplo, se puede usar una resina de urea-formaldehído.

Se pueden incluir aditivos en los materiales de recubrimiento. Por ejemplo, si los materiales de recubrimiento son hidrófilos, serán compatibles con las superficies de sustrato hidrófilas y serán fáciles de extender sobre la superficie. Sin embargo, si los materiales de recubrimiento son hidrófobos, habrá dificultades para extender los materiales de recubrimiento sobre la superficie del sustrato. En estas circunstancias, se pueden usar aditivos como agentes humectantes, agentes de flujo, agentes niveladores y agentes de acoplamiento para mejorar la capacidad de propagación. Si la viscosidad del recubrimiento es alta, también se puede usar un aditivo para mejorar la capacidad de propagación.

30 Otra de las funciones de los aditivos es aumentar la hidrofobicidad del recubrimiento. Los aditivos hidrófobos reducen la velocidad de liberación del sustrato recubierto.

Aditivos preferidos son aditivos orgánicos, tales como productos petrolíferos, productos de carbón, productos naturales y productos sintéticos. También se pueden usar lubricantes derivados de estos. Los aditivos orgánicos ejemplares incluyen aditivos de recubrimiento y aditivos de pintura disponibles en el mercado (tales como agentes humectantes, agentes de flujo, agentes de nivelación y agentes de acoplamiento), cera, aceite de parafina, betún, 35 asfalto, aceite derivado del carbón, aceite de canola, aceite de soja, aceite de coco, aceite de linaza, aceite de tung, cera vegetal, grasa animal, cera animal y productos forestales como aceite alto, aceite alto modificado, brea de aceite alto y alquitrán de pino. También se pueden usar mezclas de estos materiales. Los aditivos orgánicos particularmente preferidos son materiales hidrófobos.

Si el aditivo orgánico es cera, las ceras preferidas son las descritas en el documento US 5.538.531 o una cera de 40 silicona, tal como está disponible por parte de Dow Corning. Las ceras preferidas tienen un punto de fusión de al menos 10 °C, preferiblemente entre aproximadamente 20 °C y aproximadamente 120 °C, y más preferiblemente entre aproximadamente 30 °C y aproximadamente 120 °C. Lo más preferiblemente, la cera es sustancialmente no pegajosa por debajo de aproximadamente 40 °C. La cera preferida es una alfa-olefina C<sub>10+</sub>, y más preferiblemente una alfa-olefina C<sub>20-100</sub>. Lo más preferiblemente, la cera es una cera C<sub>30+</sub>, tal como está disponible comercialmente 45 por parte de Chevron Phillips Chemical Company.

La cantidad de aditivo orgánico puede variar, dependiendo de su propósito en la mezcla, como sería evidente para una persona de experiencia en la técnica. Por ejemplo, para algunos aditivos disponibles comercialmente, se puede usar una cantidad tan baja como 0,001% en peso de la composición de recubrimiento.

50 Aditivos orgánicos y cantidades preferidas son las que mejoran el perfil de liberación y la manipulación mecánica del sustrato recubierto de polímero.

En un tambor, los gránulos de sustrato exhiben un flujo de la capa lineal como se muestra en la figura 1. Los gránulos en contacto con la pared del tambor y los próximos a la pared del tambor se mueven en la dirección del

- tambor debido a las fuerzas de fricción entre los gránulos y (a) la pared del tambor y (b) otros gránulos próximos. Sin embargo, debido a estas mismas fuerzas de fricción entre los gránulos, los gránulos en la superficie del lecho granular y distales a la pared del tambor se mueven en una dirección lineal opuesta a la dirección lineal de rotación del tambor. Este efecto da como resultado un patrón de flujo en capas, que inhibe la penetración de los componentes del recubrimiento a través del lecho granular. Se descubrió que al crear un orificio o cavidad en el lecho granular, se logra una penetración más profunda y un rango más amplio de distribución de materiales de recubrimiento en el lecho granular, y se mejora la mezcla. Además, cambia el patrón de flujo de los gránulos, es decir, rompe el patrón de flujo lineal.
- Según la presente invención, el orificio o cavidad se crea mediante un arado. En la figura 2 se muestra un ejemplo de un arado (10) que crea un orificio o cavidad (20) en un lecho (30) granular de sustrato en un tambor (40) giratorio. Cuando se usa un arado, se puede usar una variedad de formas diferentes, como se muestra en la figura 3. Preferiblemente, el arado tiene un brazo lineal, curvado para crear una cuchara en el extremo (por ejemplo, una plancha de ángulo doblado), que creará el orificio o cavidad en el lecho de fertilizante. Un brazo en ángulo agudo (por ejemplo, una plancha de ángulo recto) es menos preferido, aunque también se puede usar.
- Con el fin de lograr una reducción significativa de ensuciamiento, el arado tiene que cavar en el lecho granular. El ángulo de aproximación del arado con respecto a la superficie del lecho de sustrato puede ser 5-175°, preferiblemente 30-150°, más preferiblemente 40-140°, y más preferiblemente aún 45-145°. El ángulo de aproximación óptimo del arado con respecto a la superficie del lecho granular del sustrato está relacionado con la forma del arado y puede ser determinado por un experto en la técnica a través de experimentación de rutina.
- La profundidad del arado en el lecho de sustrato puede ser un 5-95 % de la profundidad del lecho de sustrato, preferiblemente un 10-90 %, más preferiblemente un 20-80 %, y más preferiblemente aún de un 30-70 %. La profundidad óptima está relacionada con la forma del arado, el ángulo de aproximación y la velocidad de carga del tambor, y puede determinarse por un experto en la materia a través de experimentación de rutina.
- Los materiales de recubrimiento se pueden entregar de forma sustancialmente simultánea, en forma de inyecciones únicas o divididas por pulverización o goteo, en el orificio o en la cavidad en el lecho granular de sustrato. Por ejemplo, para un fertilizante recubierto de poliuretano, (a) la premezcla (que comprende un poliol y otros componentes de recubrimiento) o un poliol, y (b) el isocianato puede entregarse en el orificio o cavidad a través de la misma o diferentes boquillas de inyección. Las figuras 4 y 5 ilustran la entrega de recubrimiento de polímero, premezcla y/o monómeros (50, 60) en dos corrientes de inyección detrás del arado (10) en el orificio o cavidad (20) en el lecho (30) granular del tambor (40) giratorio.
- Cuando se usa aceite de ricino/premezcla que comprende aceite de ricino, el aceite de ricino o la premezcla pueden entregarse en el orificio o cavidad mediante goteo o pulverización. Cuando se usa isocianato, el isocianato generalmente se deposita en el orificio o cavidad, aunque también se puede rociar. Se han obtenido resultados sorprendentemente buenos cuando el aceite de ricino o la premezcla y el isocianato se depositan, preferiblemente de forma sustancialmente simultánea detrás del arado.
- Para la reducción significativa en el ensuciamiento y una mejor mezcla, la primera aplicación de materiales de recubrimiento se entrega de forma sustancialmente simultánea detrás del arado. Según una teoría para el recubrimiento de fertilizantes con polímeros, cuando los materiales de recubrimiento se suministran detrás del arado, los materiales comienzan a mezclarse en el orificio o cavidad creado, de tal manera que la premezcla o poliol de mayor temperatura ayuda a reducir la viscosidad y la tensión superficial del isocianato. Esto a su vez aumenta la velocidad de penetración del isocianato en el lecho granular. Si los materiales de recubrimiento se suministran frente al arado, los materiales no se suministran directamente en el orificio o cavidad y se reduce la oportunidad de mezclar los monómeros reactivos. La mezcla mejorada de los materiales de recubrimiento permite que se produzca un recubrimiento más uniforme. La mezcla mejorada es particularmente importante para la primera aplicación de materiales de recubrimiento.
- Las boquillas de inyección y los tubos utilizados para entregar materiales de recubrimiento pueden insertarse por debajo de la superficie del lecho granular en movimiento. Cuando las boquillas de inyección están debajo de la superficie del lecho granular, existe una mayor oportunidad para mezclar los componentes del recubrimiento en el orificio o cavidad. Cuando las boquillas de inyección se insertan debajo de la superficie del lecho granular, los materiales de recubrimiento se vierten típicamente en el orificio o cavidad.
- Dispositivos de enterramiento, como se muestra en la figura 6, también se pueden usar para cubrir el orificio o cavidad (20) producido por el arado (10). Un dispositivo de enterramiento preferido es una o más cuchillas (70). Al sellar el corte realizado por el arado con uno o más dispositivos de enterramiento, se puede mejorar aún más la mezcla.
- Cuando los materiales de recubrimiento se suministran sobre o dentro del lecho granular, los materiales

humedecen los gránulos. Esta humectación de gránulos crea una "zona húmeda" (80) en el tambor, que se ilustra en la figura 7. Los gránulos se pegan en esta zona y se mueven casi como un sólido. En la zona húmeda, es preferible que los gránulos se sometan a un volteo severo o rápido, mezclado o rotación, como se describe en la solicitud de patente de los Estados Unidos en trámite n.º 10/868.646.

- 5 Los componentes de recubrimiento también se pueden entregar en la zona húmeda en múltiples puntos de entrega. Si hay una entrega múltiple de componentes de recubrimiento, también se pueden usar múltiples arados en cada uno o en algunos, pero al menos uno, de estos puntos de entrega.

10 Una vez que el recubrimiento empieza a curar (por ejemplo, polímero termoestable) o secar (por ejemplo, polímero termoplástico), los gránulos recubiertos entran en la "zona seca", en la que los gránulos fluyen libremente en un patrón de flujo diferente que cuando está húmeda.

Durante la fase de curado o secado, las partículas recubiertas entran en contacto, dando como resultado que los gránulos se aglomeren y se formen defectos (tal como un espesor de recubrimiento desigual, cráteres, rasgaduras, poros, etc.) en la superficie del recubrimiento. Para evitar estos defectos, es preferible minimizar el contacto entre las partículas recubiertas en la zona seca.

- 15 Para hacer esto, la velocidad lineal promedio de partículas recubiertas en el tambor debe ser reducida. Esto se puede hacer reduciendo la velocidad del tambor, disminuyendo el tamaño del tambor, introduciendo deflectores, etc., y como se describe en la solicitud de patente de los Estados Unidos en trámite n.º 10/868.646.

20 Si la velocidad del tambor solamente se reduce, preferiblemente se reduce a aproximadamente un 10 % a aproximadamente un 80 % de la velocidad del tambor en la zona húmeda. La misma reducción porcentual también se aplica al tamaño del tambor, si es el tamaño que se reduce.

25 Deflectores también se pueden usar para reducir la velocidad de las partículas recubiertas, dependiendo de su orientación, altura y número. Una orientación del deflector preferida se muestra en la figura 8. Preferiblemente, los deflectores están orientados en una dirección diferente al flujo de avalancha de las partículas recubiertas (es decir, una dirección diferente u opuesta a la dirección de rotación del tambor), dando como resultado una reducción sustancial de la velocidad.

Una combinación de deflectores y velocidad reducida de batería/tamaño también se puede utilizar.

30 Se ha observado sorprendentemente, como se ilustra en la figura 7, que, cuando se introducen los componentes de recubrimiento en una primera aplicación de recubrimiento detrás del arado en la zona húmeda, la longitud de la zona (90) seca aumenta respecto a la que cuando los componentes se introducen delante del arado (100). Esto se traduce en un tiempo de mezcla más corto y un procedimiento de recubrimiento general más corto.

35 Una unidad de recubrimiento puede usarse en la que se aplican múltiples capas de recubrimiento al sustrato granular. Por ejemplo, podría usarse una unidad de recubrimiento que tenga múltiples regiones para la aplicación secuencial de materiales de recubrimiento, cada región con una zona húmeda y seca. En la zona húmeda de la primera región, se usa un dispositivo para crear un orificio o cavidad, tal como un arado. Si se usa un arado, preferiblemente las boquillas y tubos de recubrimiento se ubican detrás del arado. En la segunda y posteriores zonas húmedas de la región de recubrimiento también se puede usar un dispositivo para hacer un orificio o cavidad, aunque es menos importante que en la primera región de la zona húmeda. Si se usa un arado en la segunda y posteriores zonas húmedas, se ha descubierto que es menos importante que las boquillas y tubos de recubrimiento se ubiquen detrás del arado para que haya una reducción sustancial en el ensuciamiento, aunque es preferible tener las boquillas y tubos detrás del arado. Preferiblemente se usa una unidad de recubrimiento que tiene tres o cuatro regiones de recubrimiento.

40 Las zonas húmedas y secas pueden comprender la misma región física del tambor de recubrimiento. La distinción entre "zonas" en esta realización es simplemente una forma de describir la etapa del procedimiento de recubrimiento entre la aplicación de materiales de recubrimiento (zona húmeda) y la estabilización del recubrimiento, es decir, curado o secado (zona seca).

45 En otra realización, las zonas húmeda y seca comprenden dos regiones físicas distintas del tambor. Por ejemplo, el tambor puede estar en ángulo, de modo que los gránulos de sustrato ingresen al tambor en un extremo, que comprende la zona húmeda, y se muevan hacia la zona seca por fuerza gravitacional.

Las zonas húmeda y seca pueden comprender también dos tambores, conectados en serie.

50 Cuando hay múltiples aplicaciones de recubrimiento, se puede usar un solo tambor o se pueden usar múltiples tambores. Cuando se usan múltiples tambores, se puede usar una variedad de combinaciones de tambores, incluyendo el uso de uno o más de los tambores o combinaciones de tambores descritos anteriormente.

El uso de un dispositivo tal como un arado para crear un orificio o cavidad en un lecho granular en una primera aplicación de material de recubrimiento a los gránulos, especialmente cuando los materiales de recubrimiento se suministran detrás del arado si se usa, da como resultado un producto de liberación controlada mejorado. Se ha descubierto sorprendentemente que el producto así producido exhibe una tasa de liberación de agua mejorada por adelantado (es decir, menos de diez días) en pruebas de perfil de liberación controlada en comparación con el producto producido donde (a) no se usa ningún arado, y (b) componentes de recubrimiento se suministran frente al arado, si se usa un arado.

Los siguientes ejemplos se ofrecen a modo de ilustración y no a modo de limitación.

**Ejemplo 1**

Se utilizó una unidad de recubrimiento rotativo, que tiene tres regiones de recubrimiento, con tres grupos de boquillas y tubos de un grupo en cada región de recubrimiento.

En la zona húmeda de la primera región de recubrimiento, una premezcla (que comprende aceite de ricino) e isocianato se entregaron simultáneamente a través de un tubo (es decir, goteo o pulverización) detrás de un arado de planta de ángulo doblado que se suelda en la unidad de recubrimiento. En las regiones de recubrimiento segunda y tercera también se usaron arados.

Se ha descubierto que el arado ayudó a reducir la velocidad de liberación del producto. También se descubrió que al introducir la premezcla y el isocianato detrás del arado, la zona seca de la primera región de recubrimiento aumentó de aproximadamente 1 a 1 % pies (30,48 cm) a aproximadamente 5 pies (152,40 cm). Este aumento en la zona seca es comparable al de las regiones de recubrimiento segunda y tercera, que no era posible antes de agregar un arado y entregar materiales de recubrimiento detrás del arado. Esto indica una mejor difusión de los materiales de recubrimiento sobre el sustrato.

Mediante el uso de este procedimiento, se descubrió que en un período de cuatro días en que la unidad de recubrimiento funcionó de forma continua, el espesor del ensuciamiento en la pared del tambor se redujo en aproximadamente dos tercios.

Por otra parte, la urea de liberación controlada (CRU) producida tenía una liberación N del 15-20% en el día 7. Esta velocidad de liberación es difícil de lograr tanto en ausencia de un arado como, si se usa un arado, con los componentes de recubrimiento añadidos delante del arado en la primera zona húmeda. La velocidad de liberación mejorada demuestra una mezcla mejorada en la primera aplicación de recubrimiento al sustrato.

El % de liberación de N de CRU producido de acuerdo con el procedimiento anterior se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1

	Día 7	Día 14	Día 21
(a)	42*	55	63
(b)	30	45	55
(c)	20	28	38
(d)	15	22	30

\*% liberación de N  
 (a) Sin arado y pulverización de premezcla y goteo de isocianato en la parte superior de la superficie del lecho de sustrato en el tambor. (Control);  
 (b) con arado y pulverización de premezcla y goteo de isocianato delante del arado;  
 (c) con arado y pulverización de premezcla y goteo de isocianato detrás del arado; y  
 (d) con arado y premezcla de goteo e isocianato detrás del arado.

Los datos mostrados en la Tabla 1 indican que la entrega de los materiales de recubrimiento en la cavidad detrás del arado puede reducir significativamente la velocidad de liberación de nitrógeno sobre la del Control (a).

Los datos de liberación de agua para el material fertilizante de liberación controlada también se determinaron de acuerdo con el siguiente procedimiento.

Prueba de perfil de liberación de agua

Un análisis del perfil de tasa de liberación de agua se realizó usando un Technicon AutoAnalyzer™, calibrado y se utiliza de conformidad con las enseñanzas de *Automated Determination of Urea and Ammoniacal Nitrogen* (Universidad de Missouri, 1980). Se utilizó el siguiente procedimiento:

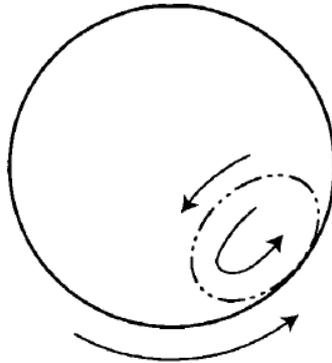
## ES 2 745 410 T3

1. Pesar con precisión 15 gramos ( $\pm 0,1$  mg) de la muestra en un plato de pesaje. Registrar el peso de la muestra. Transferir la muestra a un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
2. Añadir 75 ml de agua desmineralizada y tapar el matraz.
3. Agitar suavemente la muestra y el agua hasta que todas las partículas estén sumergidas.
- 5 4. Dejar que la muestra repose durante un tiempo específico a una temperatura constante (generalmente a temperatura ambiente).
5. Agitar suavemente el matraz para mezclar la solución y decantar solo la solución en un matraz volumétrico de 100 ml.
6. Enjuagar la muestra con agua desmineralizada añadiéndola al matraz volumétrico.
- 10 7. Aumentar el volumen del matraz volumétrico y mezclar bien.
8. Si la prueba se va a repetir por otro período de tiempo, repetir comenzando en la Etapa 2.
9. Una vez que el Technicon AutoAnalyzer II esté en línea, transferir parte de esta solución (o realizar las diluciones necesarias si es necesario) a los recipientes de muestra Technicon para su análisis.
10. Registrar los resultados como partes por millón de N-NH<sub>3</sub> (leído directamente de un integrador Shimadzu).

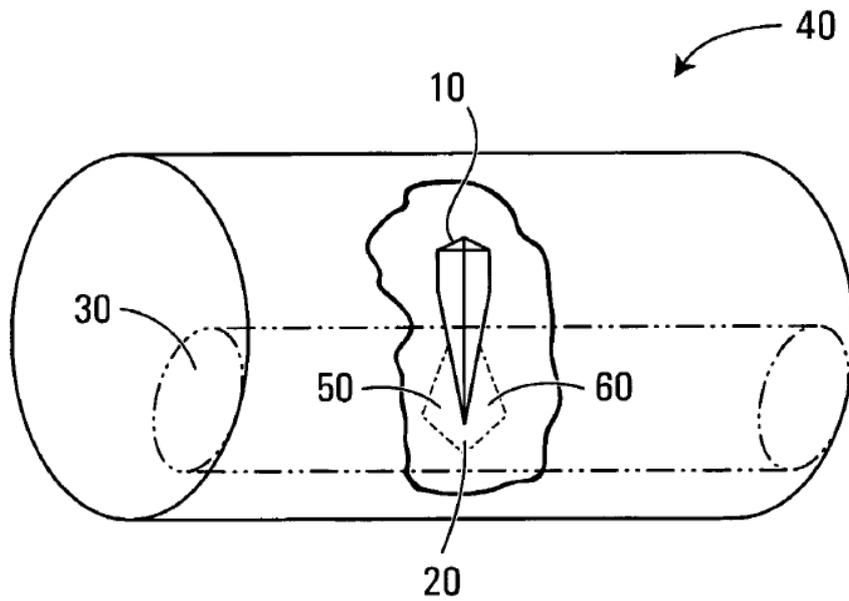
15

**REIVINDICACIONES**

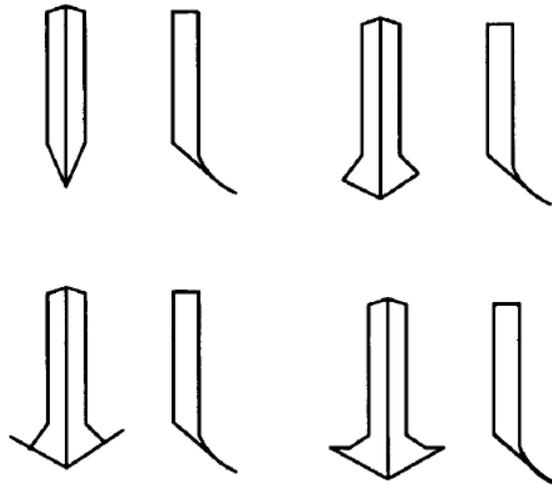
- 5 1. Un procedimiento para recubrir un sustrato en un tambor (40) giratorio, en el que se crea una cavidad (20) en un lecho (30) de sustrato mediante unos medios (10) de arado, en cuya cavidad (20) se suministran materiales de recubrimiento, **caracterizado porque** los materiales de recubrimiento se suministran detrás de los medios de arado (10).
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el sustrato son gránulos de fertilizante.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que los materiales de recubrimiento se suministran en la superficie del lecho granular.
- 10 4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que los materiales de recubrimiento se suministran debajo de la superficie del lecho granular.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que los materiales de recubrimiento se suministran de manera sustancialmente simultánea sobre la superficie del lecho de sustrato mediante pulverización o goteo.
- 15 6. El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, en el que se usa un dispositivo para enterrar los materiales de recubrimiento en la cavidad.
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el dispositivo de enterramiento es una o más cuchillas.
8. El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7, en el que el tambor comprende uno o más deflectores.
- 20 9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que los deflectores están orientados en una dirección opuesta a la dirección de rotación del tambor.
- 25 10. Un tambor (40) giratorio para recubrir un sustrato que comprende una zona de mezcla y una zona de secado, en el que la zona de mezcla comprende (a) uno o más medios (10) de arado para crear una cavidad (20) en un lecho (30) de sustrato, y (b) uno o más medios para suministrar materiales de recubrimiento al tambor ubicado detrás del arado.
11. El tambor de la reivindicación 10, en el que los medios para entregar los materiales de recubrimiento son una boquilla o tubo, o una combinación de los mismos.
12. El tambor de las reivindicaciones 10 u 11, que comprende además deflectores, orientados en una dirección opuesta a la dirección de rotación del tambor.
- 30



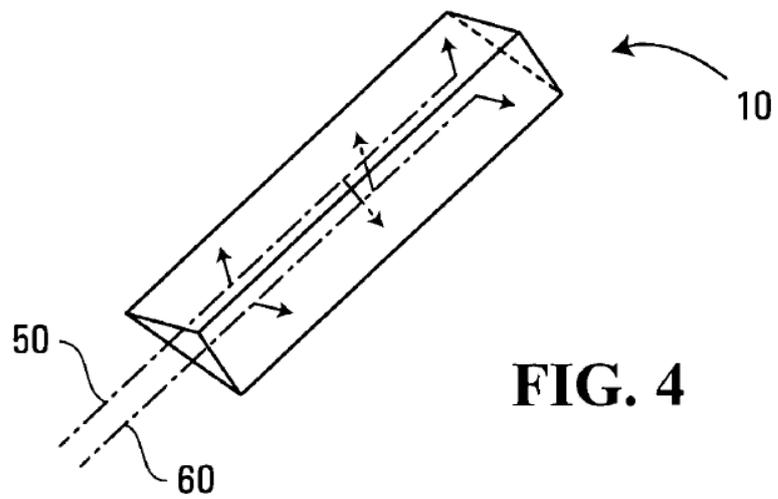
**FIG. 1**



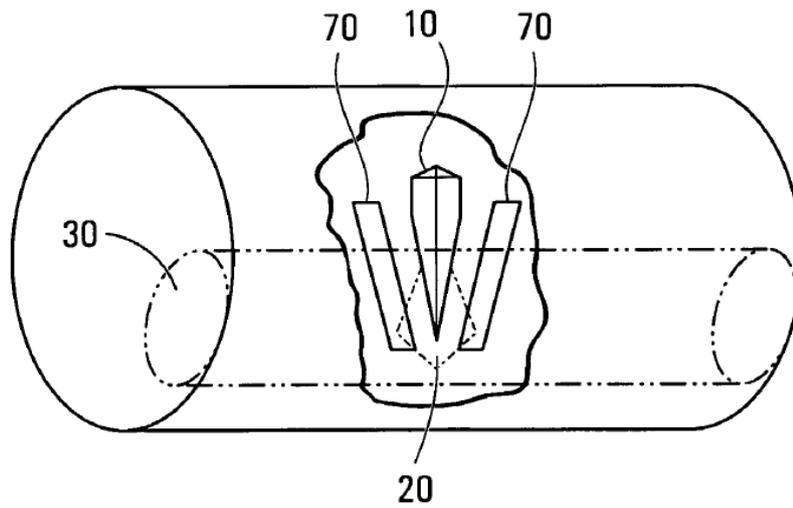
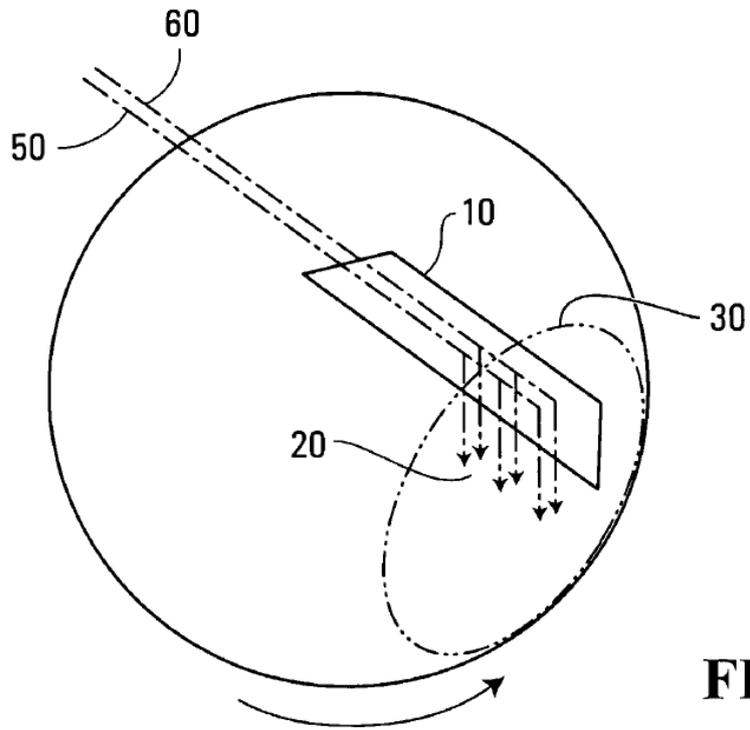
**FIG. 2**

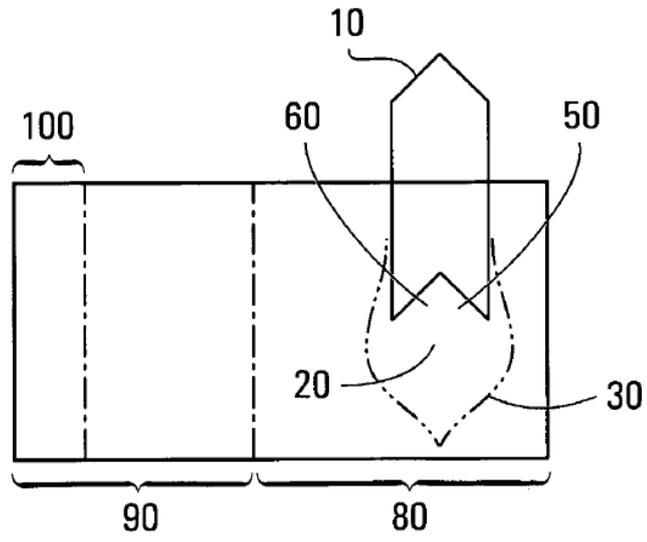


**FIG. 3**

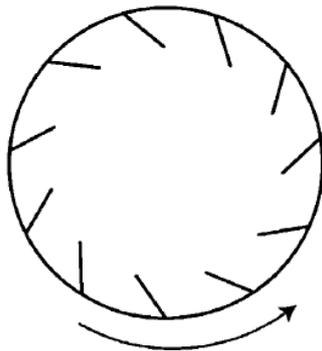


**FIG. 4**





**FIG. 7**



**FIG. 8**