

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

451.654

11	NUMERO	451034
22	FECHA DE PRESENTACION	



ESPAÑA

(Case FE.2174)

PATENTE DE INVENCION

60 PRIORIDADES: 9) NUMERO	92 FECHA	93 PAIS
27436 A/75	19 Septiembre 1975	Italia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	81 CLASIFICACION INTERNACIONAL C05G	82 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PRODUCTOS FERTILIZANTES DE ACTIVIDAD CONTROLADA"		
71 SOLICITANTE (ES) MONTEDISON S.p.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE MILAN (Italia)		
73 INVENTOR (ES) Paolo PARRINI - Vittorio GIACCIA		
72 TITULAR (ES) MONTEDISON S.p.A.		
74 REPRESENTANTE D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial		

- 1 DIC. 1977

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a productos fertilizantes aptos para una actividad fertilizante controlada y al procedimiento para su preparación.

5. Desde hace tiempo se ha sentido en la agricultura la necesidad de disponer de materiales o composiciones fertilizantes capaces de ejercer una acción fertilizante duradera y controlable.

10. Para este fin se han sugerido diferentes soluciones. Una de estas, según cuanto propone la patente estadounidense nº 3.059.379, consiste en mantener el agente fertilizante hidrosoluble encerrado en contenedores impermeables al agua y provistos de cierto número de pequeños orificios.

15. Esto parece ser una solución poco práctica que no permite una distribución rápida y uniforme del fertilizante en el terreno, mientras que la liberación del fertilizante es susceptible de variaciones muy amplias según sea la humedad del terreno.

20. Por el contrario, en la patente estadounidense nº 2.032.608 se sugiere el empleo de tacos o estacas para introducirse en el terreno, preparados comprimiendo mezclas de material celular fibroso con un ligante con considerables cantidades de agua, con un agente fertilizante. Sin embargo, estas composiciones tienen todavía el inconveniente de que
25. no pueden comprimirse a un grado útil sin pérdida considerable de fertilizante, por lo que la concentración de éste en la composición final es por lo general muy baja. Además, para este tipo de preparación se requiere un ligante, cuya naturaleza y estabilidad en el terreno dependerá en gran

parte de la velocidad de liberación del fertilizante, así como de la regularidad y duración de la actividad fertilizante.

- Inconvenientes similares se encuentran con los productos obtenidos siguiendo la patente estadounidense nº 3.502.458, comprimiendo bajo calor una mezcla formada de un material orgánico fibroso (por ejemplo, turba, polvo de sierra, linters de algodón), con un agente fertilizante y un ligante.
- 5.
10. Así pues, el objeto de este invento consiste en proporcionar productos fertilizantes, dotados de una capacidad efectiva durante una fertilización prolongada y con una velocidad regular de liberación del agente fertilizante.
15. Los productos fertilizantes que son objeto de este invento están constituidos por estructuras que tienen un área superficial (superficie específica) superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$, comprendiendo dicha estructura un polímero sintético termoplástico inerte, y por lo menos, un agente fertilizante incorporado en dicho polímero, en cantidades comprendidas entre 10% y 80% en peso con referencia al polímero.
20. Estos polímeros fertilizantes pueden prepararse extruyendo a través de un orificio una composición polimérica, comprendiendo una o más fases líquidas, y conteniendo del 10 al 80% en peso sobre el polímero de uno o más agentes fertilizantes, bajo condiciones de temperatura y de presión que aseguren la evaporación casi instantánea de la fase líquida en el ambiente en donde tiene lugar la extrusión.
25. En este caso la composición polimérica puede estar constituida por una solución homogénea del polímero en uno

o mas disolventes, o por una emulsión formada por el polímero por el disolvente y un no-disolvente (por ejemplo agua), o por una dispersión del polímero en el estado fundido en disolventes y/o no disolventes.

5. Los procedimientos de extrusión para la extrusión de las soluciones, emulsiones y dispersiones poliméricas bajo las condiciones antes descritas se conocen desde hace tiempo en el arte.

10. Estos procedimientos, conocidos en general con el nombre de "flash-spinning", se utilizan para la preparación de estructuras fibrosas poliméricas en masa que tienen un área superficial superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$, cuyas estructuras, dependiendo de las condiciones de extrusión termodinámica así como del estado del polímero y/o de la composición y de la naturaleza de la fase líquida presenta, pueden adoptar
15. forma de filamentos mas o menos fibrilados y continuos (plexofilamentos), o forma de agregados de fibrillas que son mas o menos coherentes y que pueden disgregarse facilmente con medios mecánicos.

20. Los procedimientos de extrusión del tipo antes descrito se describen por ejemplo en las patentes británicas nº 891.943, 1.262.531, en las patentes estadounidense nºs. 3.770.856, 3.740.383, 3.808.091, 3.227.784, 3.081.519 y 3.402.231; en la patente belga nº 789.808, en la patente francesa nº 2.176.858 y en la patente alemana nº 2.343.543.
- 25.

Los productos fibrosos así obtenidos son apropiados para disgregarse mecánicamente en sus estructuras constituyentes elementales en forma de película o fibra llamada fibrillas (o micro-hojuelas o bien fibrillas).

plexofilamentarias), presentando también un área superficial superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$.

- Estos productos fibrosos y las estructuras elementales antes citadas se han utilizado hasta ahora principalmente para la preparación de tejidos sin tejer y papel sintético.
- 5.

- Cualquier procedimiento de "flash-spinning" que permita obtener un polímero termoplástico en forma de estructuras con un área superficial superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$ a partir de sus soluciones, emulsiones o dispersiones en medio líquido puede utilizarse para la preparación de los productos fertilizantes de este invento después de combinarse con la composición polimérica que ha de extruirse del agente fertilizante en la cantidad antes establecida.
- 10.

- En este grupo de procedimientos pueden incluirse los descritos en la patente italiana nº 947.919 y en la solicitud de patente italiana nº 29594 A/74, depositada a nombre de la peticionaria, así como en las patentes británicas nºs. 1355912 y 1355913, según los cuales se obtienen directamente estructuras elementales o fibrillas con área superficial superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$, sometiendo la composición polimérica, extruida bajo condiciones "flash", a la acción de corte de un fluido gaseoso a elevada velocidad.
- 15.
- 20.

- Así pues, un objeto ulterior de este invento consiste en el procedimiento para la preparación de los productos fertilizantes antes descritos, procedimiento que consiste en extruir a través de un orificio una composición polimérica tal como se ha definido anteriormente, que contiene del 10% al 80% en peso sobre el polímero de un agente fer-
- 25.

tilizante, bajo condiciones de evaporación casi instantánea de la fase líquida presente, en el ambiente de extrusión.

- Para los fines de este invento pueden utilizarse polímeros termoplásticos en general, tales como, por ejemplo,
5. las poliamidas, polímeros de acrilonitrilo, de estireno, de cloruro de vinilo y en particular de olefinas, especialmente el polietileno de elevada y baja densidad y el propileno, así como los copolímeros de estos monómeros y mezclas de estos polímeros y copolímeros.

10. Los agentes fertilizantes pueden ser de tipo orgánico o inorgánico, solubles o insolubles en la fase líquida presente en la composición polimérica que ha de extruirse.

- En el caso de que los fertilizantes no sean solubles o infusibles bajo las condiciones de extrusión, su granulometría no debe ser superior a 50 micras.
- 15.

Además, los fertilizantes deben ser químicamente estables bajo las condiciones termodinámicas con las que se lleva a cabo la extrusión.

- Para mejorar, regular o influenciar de cualquier modo el procedimiento de cesión de fertilizantes, o para influenciar el ambiente exterior (por ejemplo el pH del terreno), o aún para promover una posible acción biodegradante sobre el polímero, puede utilizarse junto con los agentes fertilizantes sustancias humectantes, rellenos minerales
20. finamente subdivididos tales como: carbonato cálcico, sulfato cálcico, arcilla (alúmina sílice), caolín, talco, óxidos metálicos y agentes biodegradantes conocidos para el polímero utilizado.
- 25.

Junto con los fertilizantes apropiados pueden uti-

lizarse también los llamados "microelementos" tales como hierro, especialmente en forma ferrosa, manganeso, zinc, boro, milibdeno, cloro, en forma de sales hidrosolubles.

- La elevada área superficial exhibida por las estructuras de conformidad con este invento permite ajustar
5. fácilmente la transferencia de estos "microelementos" al terreno; su concentración en el producto fertilizante puede variar entre 0,1% y 10% en peso sobre el polímero. En el caso de que no sean solubles o fusibles bajo condiciones de
10. extrusión su granulometría no debe exceder de 50 micras.

- Con la variación de las condiciones operativas de extrusión, en particular la temperatura y la composición de la fase líquida presente en la mezcla de extrusión, según cuanto se conoce generalmente en los procedimientos de
15. "flash-spinning", es posible obtener estructuras con un área superficial mas o menos elevada y, por consiguiente, capaz de ceder con mayor o menor rapidez el agente fertilizante. Así pues es posible preparar productos fertilizantes que sean específicos para cierto tipo de terreno, con miras a su humedad y composición, así como en consideración del tipo de cultivo para el que se ha preparado dicho terreno. Los productos
20. fertilizantes que son objeto de este invento tienen, de preferencia, un área superficial comprendida entre 2 y 15 m²/g. Estos pueden utilizarse sobre el terreno tal cual o en combinación con abono natural, turba o tierras variadas. Estos productos pueden introducirse en aguas de irrigación para enriquecerlas con los elementos fertilizantes antes de distribuirse a los cultivos, o pueden utilizarse en sustitución parcial o total de almizcle natural en los soportes para plantas
- 25.

trepadoras ornamentales. Para una aplicación de este tipo pueden utilizarse estructuras con una longitud comprendida entre 10 y 50 mm y un diámetro comprendido entre 10 y 40 micras, apropiadamente revestidas con agentes humectantes.

5. Los productos fertilizantes de este invento pueden utilizarse, además, en una forma convenientemente estratificada como soportes para cultivos hidropónicos, por lo que es preferible utilizarlos como estructuras con una longitud comprendida entre 2 y 20 mm, y un diámetro comprendido entre 20 y 40 micras.
- 10.

Los ejemplos que siguen se ofrecen con fines puramente ilustrativos y en modo alguno limitativo.

EJEMPLO 1.

15. Para este ejemplo se utilizó el procedimiento y el dispositivo para la preparación de estructuras fibrosas con una área superficial superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$, descrito en la solicitud de patente italiana n.º 29594/A/74. En el dibujo adjunto se representa un esquema ilustrativo de este dispositivo.

20. Con referencia a dicho dibujo una solución (7) de polietileno (M.I. = 5) en n-hexano, en una concentración en el polímero igual a 100 g/litro y conteniendo urea en una concentración del 50% con respecto al polímero se alimentó a una temperatura de 150°C y bajo presión autógena de 8,5 atm., en la zona divergente (4) de la tobera (1), a través de toberas de alimentación (5), cada una de éstas con un diámetro de 2 mm.
- 25.

A través de la sección convergente (2) de la tobera (1) se alimentó vapor (6) a unos 200°C y bajo una pre-

si3n de unas 6 atm. La tobera (1) present3 una secci3n circular restringida (3) de 11,5 mm de diámetro, y una secci3n extrema m3xima en la porci3n divergente de 15,7 mm de diámetro. La distancia entre la secci3n cr3tica y la secci3n m3xima es de unos 21 mm.

La soluci3n polimérica conteniendo urea se aliment3 en las toberas (5) a una velocidad de flujo total de 300 kg/h.

El producto as3 obtenido estuvo constituido por part3culas de tipo fibroso, con un área superficial de unos 4 m²/g y una longitud y diámetro medio de 2 mm y 20 micras, respectivamente. Con el análisis químico azotométrico segun Kjeldhal se encontr3 un contenido de urea en el material fibroso igual a 45,2% con respecto al pol3mero.

Este material fibroso se sumergi3 en agua destilada, sin agitaci3n, a la temperatura del ambiente, en la proporci3n de 10 g por 100 cc de agua. El contenido de urea en el agua se midi3 peri3dicamente. Los valores as3 encontrados fueron los siguientes:

20.	Tiempo transcurrido desde la inmersi3n; (horas)	% de urea en el agua con respecto a la cantidad originalmente presente en el material fibroso;
	1	11
	2	38
	48	48,5
25.	96	70
	172	100

EJEMPLO 2.

Una soluci3n de polietileno en n-hexano, conteniendo

100 g/l de polímero y 40% en peso de fosfato potásico con respecto al polímero (granulometría = 35 micras) se extruyó a 160°C, bajo presión autógena a través de una tobera circular de 2 mm de diámetro, en la atmósfera ambiente. El producto así obtenido estuvo constituido por una estructura fibrosa continua con un área superficial de 4 m²/g. La cantidad de fosfato incorporado en el polímero fue de 37,42% en peso con respecto al polímero.

10. Esta estructura fibrosa se disgregó bajo sequedad en un "pulper" de palas a baja velocidad. Luego se sumergió el material así obtenido en agua destilada, sin agitación, y a la temperatura del ambiente, en la proporción de 10 g por 100 g de agua.

15. En contenido de fosfato en el producto se midió periódicamente mediante análisis de absorción atómica y se determinó como la cantidad de potasio y luego expresado como KH₂PO₄.

Los resultados fueron los siguientes:

20. Tiempo transcurrido desde la inmersión (horas)	% de KH ₂ PO ₄ en el agua con respecto a la cantidad originalmente presente en el material
1	10,1
24	36,4
96	61,5
192	88,8

25.

REIVINDICACIONES
=====

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud italiana nº 27436 A/75 de fecha 19 de Septiembre de 1975.

5. 1.- Procedimiento para la preparación de productos fertilizantes, de actividad controlada, caracterizado en su realización porque consiste en extruir a través de un orificio una solución o una emulsión o dispersión de un polímero termoplástico en uno o mas medios líquidos, en presencia del 10-80% en peso con respecto al polímero de uno o mas agentes fertilizantes, bajo condiciones de temperatura y presión tales que se produzca la evaporación casi instantánea de la fase líquida en el ambiente de extrusión.
10. 2.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque en su realización, la solución, emulsión o dispersión del polímero a ser extruido se combina con 0,1 a 10% en peso, con respecto al polímero, de microelementos constituidos por sales minerales hidrosolubles.
15. 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en su realización se constituyen productos fertilizantes en estructuras con un área superficial superior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$, en que se encuentran combinados un polímero sintético termoplástico inerte, y por lo menos, un agente fertilizante en cantidades comprendidas entre 10% y 80% en peso con respecto al polímero.
20. 4.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 3, caracterizado porque preferentemente el área superficial está comprendida entre 2 y $15 \text{ m}^2/\text{g}$.
- 25.

5.- Procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se selecciona para su realización en calidad de polímero una poliolefina.

6.- Procedimiento para la preparación de productos fertilizantes de actividad controlada.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 12 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras y acompañadas de los dibujos reglamentarios.

10.

Madrid, a 18 Septiembre 1976

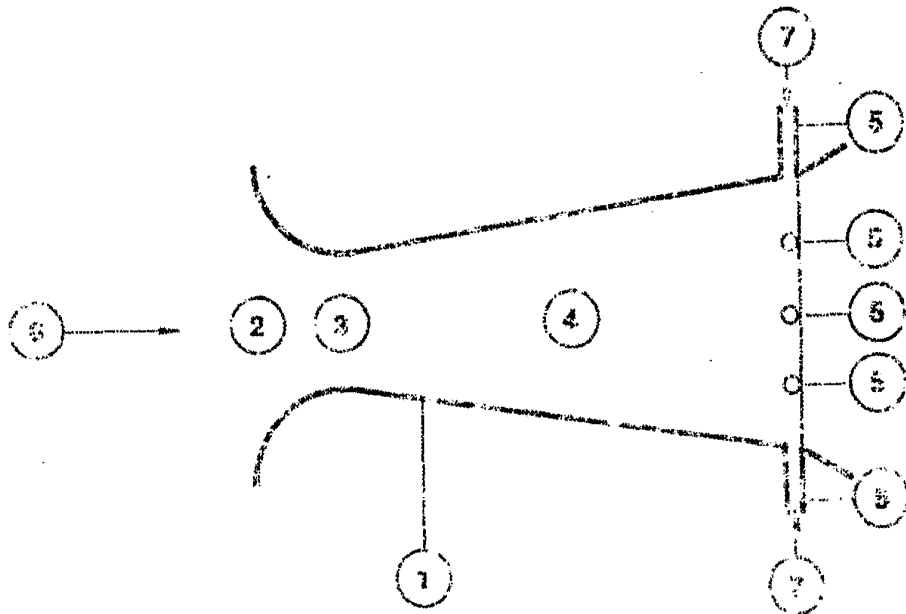
p.a.

J A I M E I S E R N

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

mpc.



Madrid, a 18 SET. 1976
p.a.

[Handwritten signature]