

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 991 165**

51 Int. Cl.:

C05D 1/02 (2006.01)

C05G 5/12 (2010.01)

C05G 5/30 (2010.01)

B01J 2/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.11.2020** **E 20210141 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.08.2024** **EP 4006003**

54 Título: **Fertilizante de cloruro de potasio de liberación controlada**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.12.2024

73 Titular/es:

EVERRIS INTERNATIONAL B.V. (100.0%)
Nijverheidsweg 1-5
6422 PD Heerlen, NL

72 Inventor/es:

PEGLROM, PASCALLE JOSEPH MARIA;
JENNISSSEN, RONNIE ANDREAS MARIE y
HERNÁNDEZ MARTÍNEZ, JÉSUS

74 Agente/Representante:

MARTÍN DE LA CUESTA, Alicia María

ES 2 991 165 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

Fertilizante de cloruro de potasio de liberación controlada

5 Campo de la invención

La invención se refiere a fertilizante de cloruro de potasio de liberación controlada.

Antecedentes

El concepto de fertilizantes de liberación controlada (CRF) se conoce bien en la técnica. Estos CRF se fabrican normalmente aplicando un recubrimiento al fertilizante de sustrato para formar una mezcla recubierta y curando la mezcla recubierta, es decir, formando un fertilizante recubierto con una capa de recubrimiento, en un recipiente de reacción tal como una cubeta o tambor rotatorio. Pueden aplicarse capas adicionales de recubrimiento mediante el mismo procedimiento, es decir, recubrimiento y curado en un recipiente de reacción.

Por ejemplo, la patente estadounidense n.º 3.223.518, da a conocer fertilizantes granulares, particulados o peletizados encapsulados mediante un recubrimiento encapsulante, resinoso, orgánico, no higroscópico, insoluble en agua. La patente estadounidense n.º 3.285.223 da a conocer el recubrimiento y la encapsulación de materiales granulares con una pluralidad de recubrimientos con un aparato diseñado específicamente que proporciona medios de calentamiento, soplado y rotación en un solo recipiente.

Las patentes estadounidenses n.ºs 4.772.490 y 7.722.696 describían resinas que pueden curarse a temperatura ambiente. Específicamente, la resina es una combinación de poliol, cardol, cardanol, derivados u oligómeros de los mismos y poliisocianato o isocianato. La resina se cura o encapsula sobre el fertilizante mediante la activación con un catalizador de amina.

Los fertilizantes granulares disponibles en el mercado usados como sustrato para recubrimiento con el fin de crear un CRF varían en composición, tamaño y forma. Estos fertilizantes se fabrican por diferentes medios, por ejemplo: granulación, compactación, granulación en perlas o similares. El método de fabricación elegido depende de la naturaleza del fertilizante, el mercado objetivo y el coste de producción.

La forma del fertilizante granular tiene una gran influencia en su rendimiento como sustrato para recubrimiento para producir CRF. Se prefiere un sustrato de fertilizante compuesto por gránulos perfectamente esféricos para los CRF, ya que permite producir una capa con un grosor homogéneo y, como consecuencia, una liberación homogénea. Por ejemplo, la granulación en perlas o granulación de fertilizantes puede producir partículas prácticamente esféricas, que son muy favorables para aplicar un recubrimiento homogéneo fino. La urea es un fertilizante bien conocido ampliamente disponible como producto granulado o en perlas.

El KCl ha estado disponible como producto granulado en perlas, pero la granulación en perlas del KCl es relativamente cara. Por tanto, el fertilizante de KCl más ampliamente disponible se obtiene a partir de un procedimiento de compactación. Se sabe que el KCl después de la compactación tiene una forma muy irregular. Sin embargo, el KCl en forma de perlas es relativamente pequeño, comprende poros y un núcleo hueco, lo que es desventajoso para fertilizantes de liberación controlada, ya que esto aumenta la disolución del KCl.

La forma irregular del KCl compactado tiene varias desventajas. Si el fertilizante se usa como gránulos puros, los bordes afilados están provocando la formación de polvo durante el transporte y la manipulación. Para reducir la formación de polvo durante el transporte y la manipulación, no es raro aplicar una etapa de pulido. El pulido de fertilizantes (después de la compactación, por ejemplo) es un procedimiento que usa o bien un tambor rotatorio en un denominado procedimiento "en seco", o bien, más a menudo, en un procedimiento en húmedo donde se añade agua, que disuelve los bordes afilados, y que luego se evapora. Este último procedimiento tiene la desventaja de que se aumenta el consumo de energía, pero se reduce el polvo en el producto.

En el documento CN101381263 se describió una aplicación de este conocimiento común de pulido específicamente a los CRF. Esta referencia describe el uso de una pulidora de barril/tambor rotatorio. Este equipo es equivalente al tipo de uso común en la industria de fabricación de fertilizantes, tal como se ha descrito anteriormente. Según esta referencia, se requiere un tiempo de pulido de 45-60 minutos por lote.

Otro ejemplo es el documento publicado por Lu *et al.* Sci Rep 10, 5763 (2020), donde se describe un pretratamiento de pulido con agua, que da como resultado una esfericidad aumentada (disminución del ángulo de reposo). El resultado de una esfericidad aumentada se describe para permitir pesos de recubrimiento más bajos.

Ambos métodos de pulido descritos para los CRF se dirigen a alisar superficies rugosas de gránulos ya relativamente esféricos. No se mencionan sustratos no esféricos de forma altamente irregular

Estos métodos de pulido del estado de la técnica basados en equipos de tambor rotatorio no han encontrado una

aplicación extendida para mejorar los sustratos que van a recubrirse para producir CRF debido a varios problemas. El primer problema es la generación de polvo. Una acción de pulido genera una determinada cantidad de partículas pequeñas y polvo, mientras que se genera más polvo cuanto más irregular es el producto. La presencia de polvo en el sustrato se considera perjudicial para el recubrimiento, produciendo imperfecciones en la capa de recubrimiento y pérdida de polímero costoso al recubrir las partículas pequeñas. El segundo problema es el coste. Una etapa de pulido es una etapa adicional en el procedimiento de fabricación de CRF por lo que, para que sea eficiente, necesita realizarse en un equipo que implique una baja inversión, bajos costes de funcionamiento (evitando el uso de agua, calor, etc.) y con un rendimiento tan alto (o un tiempo por lote más corto si no es continuo) como sea posible. Si es posible, se evita el pulido mediante el uso de productos más esféricos; sin embargo, para determinados fertilizantes, tales productos no están disponibles, o son demasiado caros.

En consecuencia, existe la necesidad de tener un método eficiente y rentable que pueda mejorar los fertilizantes irregulares para su uso como sustrato para un fertilizante de liberación controlada. Además, es un objeto específico de la invención proporcionar un procedimiento para pulir KCl compactado irregular, de manera que se obtengan buenas propiedades de liberación lenta con una cantidad de recubrimiento comparable a la que se usa para gránulos más esféricos.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona un procedimiento para producir un fertilizante de KCl de liberación lenta que comprende las siguientes etapas:

- a. proporcionar KCl compactado, que tiene una esfericidad inferior a aproximadamente 0,87;
- b. pulir en seco el KCl en un dispositivo de tipo mezclador intensivo que consiste en un recipiente contenedor y al menos un conjunto de elementos de agitación de manera que el KCl tenga una esfericidad de entre 0,88 y 0,94;
- c. proporcionar un recubrimiento sobre dicho KCl pulido.

Los elementos de agitación del dispositivo de tipo mezclador intensivo generalmente mantienen una determinada separación entre los elementos rotatorios y los elementos estáticos. Por ejemplo, el recipiente puede contener elementos rotatorios sobre un árbol central, que tienen una determinada separación con los elementos estáticos en la pared del recipiente. La distancia preferiblemente es de entre aproximadamente 1 mm y aproximadamente 5 cm, de manera preferible entre aproximadamente 5 mm y aproximadamente 3 cm.

Los elementos de agitación generalmente se mueven a una determinada velocidad de punta circunferencial. Preferiblemente, la velocidad de punta circunferencial es de aproximadamente 0,3 m/s a aproximadamente 5 m/s, de manera preferible aproximadamente de 1 m/s a 3 m/s.

El procedimiento es un procedimiento en seco. Por tanto, prácticamente no se usa agua.

Preferiblemente, el KCl compactado tiene un d50 de entre 2-4 mm, preferiblemente entre 2,5 mm y 3,5 mm. El d90 generalmente es inferior a 5,5 mm, preferiblemente inferior a 5 mm. El d50 es el tamaño de las partículas en el que el 50 % del peso de las partículas es más pequeño, y el 50 % es más alto que el valor d50. El d90 define el tamaño de las partículas en el que el 10 % en peso es mayor, y el 90 % en peso es menor que el tamaño indicado.

El procedimiento según la presente invención permite una etapa de pulido eficiente y de bajo coste. Preferiblemente, la etapa de pulido del procedimiento se realiza en el plazo de 1 h, preferiblemente en el plazo de 30 min, y parece posible realizar un procedimiento efectivo en el plazo de 20 min, como por ejemplo en aproximadamente 10 min.

La presente invención también se refiere a un fertilizante de liberación controlada de cloruro de potasio compactado recubierto y pulido que puede obtenerse con el procedimiento según la presente invención. El fertilizante granular recubierto y pulido tiene un perfil de liberación que puede ser más lento que el KCl compactado no pulido, el KCl en perlas o el KCl compactado pulido en tambor seco, y tiene las siguientes características: menor liberación en el día uno, y un aumento más gradual, más lento, en las primeras semanas.

La presente invención también se refiere a un fertilizante de liberación controlada de cloruro de potasio compactado recubierto y pulido en el que el KCl tiene una esfericidad de entre 0,88 y 0,92, y muestra, con 6 pph (partes por cien) (6 partes en peso de recubrimiento en base sólida en relación con 100 partes en peso de partículas de cloruro de potasio), una liberación de menos del 18 %, de manera preferible de aproximadamente el 15 % o menos, en el día 7 en una prueba convencional a 21 °C.

Preferiblemente, el KCl granular recubierto y pulido según la invención tiene un d50 de entre 3-4 mm y un d90 inferior a 5,5 mm.

La invención se refiere además al uso de un dispositivo de tipo mezclador intensivo que consiste en un recipiente contenedor y al menos un conjunto de elementos de agitación que rotan en relación con elementos estáticos en dicho recipiente, en el tratamiento de material granular antes de su recubrimiento crea un material granular de liberación controlada.

Descripción de las figuras

La figura 1 son fotografías de KCl compactado sin tratar y KCl compactado pulido en seco según la presente invención.

La figura 2 es un gráfico que representa varios perfiles de liberación de productos de KCl recubiertos.

Descripción detallada de la invención

Generalmente, el KCl compactado tiene una esfericidad inferior a 0,87, como por ejemplo aproximadamente 0,86. Un sustrato de este tipo refleja la forma irregular común (no esférica) del KCl compactado (también denominado compactado y granulado), de manera similar al KCl disponible comercialmente para la agricultura. Otros productos fertilizantes están disponibles en forma mucho más esférica, véase por ejemplo la siguiente tabla.

Fertilizante	Método de fabricación	Esfericidad (SPHT al 50 % Q3)
KCl	En perlas	0,966
Urea	En perlas	0,980
NPK (21-7-14)	En perlas	0,973
Urea	Granulado	0,958
MAP	Granulado	0,952
NPK (17-10-13)	Granulado	0,966
SOP (Sulfato de potasio)	Granulado	0,967
KCl	Compactado	0,860

Una esfericidad mayor de 0,9 generalmente permite buenas propiedades de liberación, y generalmente es necesario poco pulido. Sin embargo, con KCl compactado, parece más difícil conseguir un buen perfil de liberación. Por tanto, puede aplicarse pulido en seco o pulido en húmedo, usando ambos un tambor convencional. En la tabla siguiente se facilita la esfericidad de varios productos de referencia de KCl y las propiedades de liberación:

Muestra	Tiempo de pretratamiento (min)	Esfericidad (SPHT al 50 % Q3)	Liberación 30d (% de K ₂ O) (6pph)
KCl en perlas		0,966	44
KCl convencional	0	0,863	68
Pulido en tambor en seco	150	0,877	48
Pulido en tambor en húmedo	130	0,90	43

El KCl convencional y el pulido en tambor en seco en un tambor convencional mostraron una liberación inicial rápida y un perfil de liberación muy plano después de aproximadamente 10-15 días.

La liberación de KCl compactado sin pulir claramente es bastante inaceptable. El pulido en seco de KCl convencional tratado en tambor lleva relativamente mucho tiempo (más de 2 horas), y la liberación de los gránulos recubiertos no está realmente a la altura, aunque se logre una esfericidad razonable. El KCl pulido en húmedo muestra mejores propiedades de liberación después del recubrimiento convencional, pero el tratamiento es largo, y la evaporación del agua es relativamente costosa debido al uso de energía.

La presente invención permite el pulido en un tiempo relativamente corto, con baja entrada de energía, mientras que el recubrimiento en baja cantidad da como resultado un perfil de liberación que incluso mejora en comparación con el KCl en perlas recubierto con el mismo peso de recubrimiento (por ejemplo, 6 pph).

Según la invención, puede usarse KCl compactado y granulado común. El KCl compactado y granulado también se denomina simplemente KCl compactado. El KCl común comprende una cantidad de KCl de al menos el 90 %, de manera preferible de aproximadamente el 95 % o más. Otros componentes son generalmente cloruro de sodio (el 2-3 % en peso) y otras impurezas. La cantidad de agua generalmente es menor del 0,5 % en peso, como por ejemplo del 0,2 % en peso.

El cloruro de potasio (KCl) compactado generalmente tiene un d50 de entre 2-4 mm, preferiblemente entre 2,5 mm y 3,5 mm. El d90 generalmente es inferior a 5,5 mm, preferiblemente inferior a 5 mm.

El KCl compactado generalmente tiene una esfericidad inferior a 0,87, como por ejemplo entre 0,85 y 0,87, como aproximadamente 0,86.

La morfología del fertilizante de sustrato y la distribución del tamaño de partícula de los productos pueden analizarse mediante análisis del tamaño de partícula y la forma de partícula con análisis dinámico de imágenes, mediante un aparato Camsizer de RETSCH. El principal parámetro de morfología usado para evaluar el fertilizante de sustrato es la esfericidad (SPHT), definida como:

$$SPHT = 4 \frac{\pi A}{P^2}$$

donde P es el perímetro medido de una proyección de partículas y A es el área cubierta por una proyección de partículas. Para una esfera ideal, SPHT = 1. Cuanto mayor sea la esfericidad, más redondo será el gránulo y mejor será el CRF fabricado con ese sustrato. El parámetro medido es la esfericidad a D50, denominada SPHT3 a Q3[%]50 en el software del equipo Camsizer de RETSCH usado.

El dispositivo de pulido consiste en un recipiente en el que está contenido el material que va a tratarse, en el que elementos rotativos en movimiento en relación con elementos estáticos en el recipiente imparten energía al lecho de material que se proporciona para la mezcla. Por ejemplo, el recipiente puede contener elementos rotatorios sobre un árbol central, que tienen una determinada separación con los elementos estáticos en la pared del recipiente. Además, la carcasa del recipiente que tiene los elementos de agitación puede rotar, mientras que los elementos estáticos están unidos a un árbol central del mezclador intensivo.

Los elementos rotativos y estáticos pueden ser, pero sin limitarse a, paletas, palas, cintas y pasadores. Los elementos rotativos y estáticos están unidos a uno o más árboles o ejes, o al lado interior de la carcasa del recipiente.

Los elementos rotatorios mantienen una determinada distancia de separación entre ellos y los elementos estáticos con el fin de evitar una trituración excesiva de los gránulos y al mismo tiempo se hacen funcionar a una velocidad de punta circunferencial suficientemente alta con el fin de proporcionar un efecto de pulido suficiente. La distancia es en general de aproximadamente 1 mm o más, pero de manera preferible es de aproximadamente el d90 o más, como por ejemplo de aproximadamente 5 mm o más. En general, la distancia es de aproximadamente 5 cm o menos, ya que de lo contrario se logra una eficiencia más baja. Preferiblemente, la distancia es de aproximadamente 3 cm o menos. Una distancia adecuada es, por ejemplo, de 8 mm, 1 cm, 1,5 cm o 2 cm.

La velocidad de punta circunferencial es la velocidad de la punta de la pala, que es el punto más cercano del elemento de mezclado a la pared o el punto más alejado del eje de rotación. La velocidad de punta generalmente es de entre 0,3 y 5 m/s. Una velocidad de punta relativamente baja puede provocar un aumento en el tiempo de tratamiento y más generación de polvo y, por tanto, se prefiere menos. Por tanto, se prefiere una velocidad de punta de aproximadamente 1 m/s o más. Una velocidad de punta alta puede provocar una entrada de alta energía, y se prefiere una velocidad de punta de aproximadamente 3 m/s.

El efecto del pretratamiento de pulido según la invención no es sólo eliminar los bordes afilados de los gránulos, sino también al mismo tiempo incorporar parte del polvo generado por la fricción en las grietas de la superficie del gránulo, proporcionando un sustrato superior para recubrirse para dar un fertilizante de liberación controlada.

El dispositivo puede funcionar de manera discontinua o de manera continua. Debido al corto tiempo de residencia necesario para pulir, el equipo puede incorporarse aguas arriba de una línea de recubrimiento de fertilizante sin afectar negativamente a su rendimiento.

En un procedimiento de tipo discontinuo, a escala industrial, el dispositivo puede manejar al menos una tonelada o más por lote, preferentemente 2 toneladas o más, como por ejemplo 3, 4 ó 5 toneladas por lote.

El cloruro de potasio después del pulido tiene una esfericidad de 0,88 o mayor. Generalmente, la esfericidad es de aproximadamente 0,92 o menor, y de manera preferible de aproximadamente 0,9 o menor. Más preferiblemente, la esfericidad es de entre 0,88 y 0,90, e incluso más preferiblemente entre 0,88 y 0,89, ya que tal esfericidad puede ser suficiente para proporcionar propiedades de liberación apropiadas del fertilizante de liberación controlada. Tal como se explicó anteriormente, se cree que la presencia de pequeñas partículas de polvo en las (pequeñas) cavidades de los gránulos de cloruro de potasio granules es un instrumento para conseguir tal perfil de liberación ventajoso.

La presencia de partículas de polvo pequeñas también puede observarse en fotografías de microscopía, tal como se muestra en la figura 1. La figura 1A es una fotografía de KCl compactado sin pulir, mientras que la figura 1B muestra una imagen de KCl compactado pulido en mezclador según la presente invención. En la figura 1B están incorporadas visiblemente manchas blancas de polvo sobre la superficie. Se cree que el polvo integrado en la superficie del gránulo del material pulido proporciona el sorprendente aumento del rendimiento. Por tanto, la invención también se refiere a gránulos de KCl compactados, pulidos, listos para el recubrimiento, que tienen una esfericidad de entre 0,88 y 0,92, y que tienen manchas de polvo visibles al microscopio a un aumento de 15x.

La etapa de recubrimiento polimérico puede ser una etapa de recubrimiento convencional. La cantidad de recubrimiento polimérico se determina por el rendimiento requerido. Se necesita más recubrimiento para hacer que la liberación controlada del fertilizante dure más tiempo (longevidad más larga) de lo que se necesita para determinadas aplicaciones. Sin embargo, más recubrimiento significa más coste. Normalmente, la cantidad de recubrimiento polimérico es de aproximadamente 6 pph (partes por cien) (6 partes en peso de recubrimiento en base sólida en relación con 100 partes en peso de partículas de cloruro de potasio) para una longevidad de aproximadamente 6-7 meses. Sin embargo, pueden aplicarse otras cantidades, proporcionando también diferentes longevidades para diferentes aplicaciones. Por ejemplo, el recubrimiento puede aplicarse en una cantidad de 3 – 10 pph.

Otros tipos de recubrimientos, como los basados en azufre elemental, también se beneficiarán del uso de tal material pulido. Los pesos de recubrimiento típicos del recubrimiento de azufre son considerablemente mayores que los del recubrimiento polimérico. Normalmente se aplican aproximadamente 15-25 pph o incluso más, como hasta 50 pph, ya que el rendimiento del azufre como barrera es inferior al de los recubrimientos poliméricos, pero también ya que el coste no es un problema debido al bajo coste del azufre elemental.

La figura 2 muestra una comparación de la liberación en la prueba de lixiviación en agua de diferentes fertilizantes de KCl, no pulidos (en perlas o compactados) y pulidos mediante diferentes métodos. Todos los productos se recubrieron con 6 pph de recubrimiento polimérico de PU. Como es evidente a partir de los gráficos, el KCl compactado y recubierto sin pulir ("KCl convencional compactado") muestra una liberación de KCl en una prueba convencional (tal como se describe a continuación en la sección experimental) de aproximadamente el 50 % en aproximadamente 10 días. Después de aproximadamente 20 días, la liberación es relativamente lenta, lo que conduce a aproximadamente el 65 % de liberación a los 30 días, y el 70 % de liberación a los 50 días. El KCl en perlas y recubierto ("KCl en perlas"), al igual que el KCl convencional pulido en tambor ("KCl pulido en tambor") muestra aproximadamente un 30 % de liberación a los 10 días, aproximadamente un 50 % a los 30 días y un 55 % de liberación a los 50 días. El KCl pulido según la presente invención ("KCl de pulido en mezclador") muestra sólo una liberación del 10 % a los 10 días, de aproximadamente el 25 % a los 30 días y de aproximadamente el 40 % a los 50 días. Los gráficos muestran que el KCl pulido según la presente invención permite un fertilizante de liberación controlada con una liberación controlada mejorada con respecto al tipo de productos de la técnica anterior.

El fertilizante de liberación controlada preferido según la presente invención muestra una liberación a los 7 días de aproximadamente el 18 % o menos, de manera preferible de aproximadamente el 15 % en peso o menos. Tal como se explicó anteriormente, la liberación de la primera semana es bastante indicativa del comportamiento de liberación controlada, y una liberación inicial lenta se considera importante.

El fertilizante de KCl compactado de liberación controlada preferido según la presente invención muestra preferiblemente una liberación a los 10 días de aproximadamente el 20 % o menos, de manera preferible de aproximadamente el 15 % o menos; y/o una liberación a los 30 días del 40 % o menos, preferiblemente del 35 % o menos; y/o una liberación a los 50 días del 50 % o menos, preferiblemente del 45 % o menos. Incluso más preferiblemente, a los 20 días, la liberación es de aproximadamente el 30 % o menos. Incluso más preferiblemente, el fertilizante de KCl se ajusta a los porcentajes de liberación tal como se describió anteriormente en todos los puntos de tiempo.

Ejemplos:

Materiales y métodos

El KCl usado en los ejemplos es KCl granular, de ICL (Iberpotash). La composición es: el 95 % de KCl, el 2,3 % de NaCl, el 0,2 % de H₂O (humedad). La densidad aparente es de 1 tonelada/m³. La distribución del tamaño de partícula del material se muestra en la tabla a continuación.

Intervalo de diámetro de tamaño de partícula (mm)		Porcentaje en peso acumulativo [%]
0	2	2,1
2	3	19,2
3	4	64,3
4	5	95,2
5	6	99,9
6	7	100

El diámetro máximo se define como el d₉₀ que es el diámetro con el cual está contenido el 90 % del peso de la muestra. En este caso, el d₉₀ es de 4,71 mm.

El dispositivo usado para el pretratamiento según la invención es un mezclador de paletas que tiene aproximadamente 300 litros de capacidad de trabajo (aproximadamente 50 cm de diámetro y 150 cm de longitud).

Está equipado con un panel de control con inversor de frecuencia para el control de velocidad de la pala. Tiene un solo árbol con 12 brazos montados perpendicularmente al mismo, acabado por palas ajustables. La distancia desde el borde de la pala hasta la pared es ajustable en un intervalo de 1 a 30 mm.

Se prepararon CRF usando el fertilizante pretratado en el dispositivo de mezclado para comparar su rendimiento. Los CRF preparados en estos ejemplos se recubrieron con una resina a base de poliuretano preparada haciendo reaccionar un poliol líquido y un diisocianato líquido de manera similar a la descrita en la patente estadounidense n.º 7.722.696. El nivel de recubrimiento para todos los ejemplos es 6 partes de recubrimiento sólido por 100 de fertilizante (6 pph). Las muestras se preparan en un tambor rotatorio que contiene 1,5 kg de fertilizante y equipado con un sistema de calentamiento para mantener el fertilizante a una temperatura de entre 60 °C y 80 °C.

Análisis

La cantidad de polvo se determinó tamizando una muestra representativa sobre un tamiz normalizado de 2,36 mm de abertura. Todo el material que pasa a través del tamiz (< 2,36 mm) se considera polvo y es necesario retirarlo antes del recubrimiento. Este polvo se considera entonces residuo y es necesario limitarlo.

$$\text{Cantidad de polvo (\%)} = 100 * \frac{\text{Peso de partículas } < 2,36 \text{ mm en una muestra (g)}}{\text{Peso de la muestra total (g)}}$$

La morfología del fertilizante de sustrato y la distribución del tamaño de partícula de la fracción >2,36 mm se analizaron mediante análisis del tamaño de partícula y la forma de partícula con análisis dinámico de imágenes mediante un aparato Camsizer de RETSCH. El principal parámetro de morfología usado para evaluar el fertilizante de sustrato es la esfericidad (SPHT), definida como:

$$\text{SPHT} = 4 \frac{\pi A}{P^2}$$

donde P es el perímetro medido de una proyección de partículas y A es el área cubierta por una proyección de partículas. Para una esfera ideal, SPHT = 1. Cuanto mayor sea la esfericidad, más redondo será el gránulo y mejor será el CRF fabricado con ese sustrato. El parámetro medido es el valor de esfericidad a D50, mencionado como SPHT3 a Q3[%]50 en el software del equipo Camsizer.

El rendimiento del fertilizante recubierto se midió mediante la tasa de liberación de nutrientes desde el gránulo cuando se puso en contacto con agua. Las tasas de liberación más lentas indican una longevidad más larga del producto en lo que se refiere a la liberación de sus nutrientes a lo largo del tiempo. Las normas industriales para determinar las características de liberación del producto incluyen la prueba de liberación de lixiviación en agua.

En la prueba de liberación de lixiviación en agua, los CRF producidos se colocaron en agua a 21 °C y se sometieron a ensayo a diferentes intervalos de tiempo, 24 horas, 7 días y, en algunos casos, tiempos más largos (por ejemplo para preparar la figura 2). En particular, se colocaron veinte gramos de fertilizante recubierto en un matraz con 400 ml de agua desmineralizada. El matraz que contenía la muestra se invirtió tres veces para permitir la mezcla y se mantuvo a 21 °C. Después de un período de 24 horas, el matraz se invirtió tres veces y se tomó una muestra para determinar la cantidad de nutrientes (K₂O) en el agua. Se reemplazó el agua y se renovó con 400 ml de agua desmineralizada nueva. La medición se repitió de nuevo después de 7 días. Pueden obtenerse puntos de medición adicionales para poder representar gráficamente el perfil de liberación durante el tiempo de trabajo del fertilizante de liberación controlada. Después de la última medición, las partículas restantes se molieron, se disolvieron hasta un volumen conocido y se analizaron para comprobar el cierre del balance de masa para cada componente. Los resultados se dan como % en peso de K₂O nutriente liberado en la solución a diferentes intervalos de tiempo.

Ejemplos con diferentes separaciones con la pared

Ajustes: Carga 300 kg, Tiempo 30 min, Velocidad circunferencial 1,64 m/s (70 Hz), Nivel de recubrimiento: 6 pph (partes de recubrimiento por cien de fertilizante)

Separación en la pared (mm)	Cantidad de polvo (%)	Esfericidad (SPHT a 50 % Q3)	Liberación en 1 d (% de K ₂ O) de recubrimiento a escala de laboratorio	Liberación a los 7 d (% de K ₂ O) de recubrimiento a escala de laboratorio
sin tratar	4,3	0,861	27	48
1	8,3	0,886	9,9	19,7
5	7,1	0,887	8,4	17,7
15	6,4	0,882	2,7	10,3

30	6,1	0,884	1,8	6,5
----	-----	-------	-----	-----

Ejemplos con diferentes velocidades

Ajustes: Carga 300 kg, Tiempo 30 min, Separación con la pared 30 mm, Nivel de recubrimiento: 6 pph (partes de recubrimiento por cien de fertilizante)

Velocidad de punta circunferencial (m/s)	Cantidad de polvo (%)	Esfericidad (SPHT a 50 % Q3)	Liberación en 1 d (% de K ₂ O) de recubrimiento a escala de laboratorio	Liberación a los 7 d (% de K ₂ O) de recubrimiento a escala de laboratorio
sin tratar	4,3	0,861	27	48
0,82 (35 Hz)	7,5	0,876	26	38
1,17 (50 Hz)	6,4	0,881	6	21
1,64 (70 Hz)	6,3	0,884	2	7

Comparativa de tratado frente a sin tratar

Ajustes del pulido: Carga 300 kg, Tiempo 30 min, Separación con la pared 30 mm, Velocidad circunferencial 1,64 m/s (70 Hz)

Peso del recubrimiento: 6 pph (partes de recubrimiento por cien de fertilizante)

	Cantidad de polvo (%)	Esfericidad (SPHT a 50 % Q3)	Liberación en 1 d (% de K ₂ O) de recubrimiento a escala de laboratorio	Liberación a los 7 d (% de K ₂ O) de recubrimiento a escala de laboratorio
sin tratar	4,3	0,861	27	48
pulido	6,3	0,884	2	7

Comparativa de tratado frente a sin tratar limpiado

El pulido genera un polvo fino que se pega sobre el fertilizante. En general, la presencia de polvo se considera perjudicial para el recubrimiento. Se eliminó el polvo del fertilizante sin tratar y pulido mediante un tratamiento de lavado con hexano y se comparó el rendimiento.

Ajustes del pulido: Carga 300 kg, Tiempo 30 min, Separación con la pared 30 mm, Velocidad circunferencial 1,64 m/s (70 Hz); Peso del recubrimiento: 6 pph (partes de recubrimiento por cien de fertilizante)

Aumento de la liberación mediante lavado	En 1 día	A los 7 días
Sin tratar	14 %	6 %
Pulido	106 %	154 %

En la muestra sin tratar el rendimiento permaneció en gran medida igual mientras que en la muestra pulida la muestra libre de polvo funcionó, sorprendentemente, considerablemente peor. Esto sugiere que la presencia del polvo generado mediante este procedimiento de pulido en seco novedoso es beneficiosa para el recubrimiento. El pulido con tambor y el pulido con agua tradicionales conocidos en la técnica usados para los CRF no presentarán este polvo beneficioso.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir un fertilizante de liberación controlada de cloruro de potasio que comprende las siguientes etapas:

- a. proporcionar KCl compactado, que tiene una esfericidad inferior a 0,87;
- b. pulir en seco el KCl en un dispositivo de tipo mezclador intensivo que consiste en un recipiente contenedor y al menos un conjunto de elementos de agitación que rotan en relación con elementos estáticos en dicho recipiente de manera que el KCl tenga una esfericidad de entre 0,88 y 0,92;
- c. proporcionar un recubrimiento sobre dicho KCl pulido;

en el que la esfericidad (SPHT) se mide con un aparato Camsizer de RETSCH y se define como

$$SPHT = 4 \frac{\pi A}{p^2}$$

donde p es el perímetro medido de una proyección de partículas y A es el área cubierta por una proyección de partículas.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que los elementos de agitación mantienen una determinada separación entre ellos y los elementos estáticos, en el que la distancia es de entre 1 mm y 5 cm, preferiblemente entre 5 mm y 3 cm.
3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que los elementos de agitación se mueven a una determinada velocidad de punta circunferencial, en el que la velocidad de punta circunferencial es de entre 0,3 y 5 m/s, preferiblemente entre 1 m/s y 3 m/s.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que los elementos de agitación rotan sobre un árbol central, y en el que los elementos estáticos son partes del interior de la pared del recipiente.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que el KCl compactado tiene un d50 de entre 2-4 mm, preferiblemente entre 2,5 mm y 3,5 mm y un d90 inferior a 5,5 mm, preferiblemente inferior a 5 mm.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la etapa de pulido del procedimiento se realiza en el plazo de 1 h, preferiblemente en el plazo de 30 min, e incluso más preferiblemente en el plazo de 20 min.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que el recubrimiento es un recubrimiento polimérico aplicado en una cantidad de 3 pph a 10 pph, preferiblemente entre 4 pph y 7 pph sobre KCl pulido.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que el recubrimiento es un recubrimiento de azufre aplicado en una cantidad de 15 pph a 50 pph, preferiblemente entre 15 pph y 25 pph de recubrimiento sobre KCl pulido.
9. Gránulos de KCl compactados pulidos, listos para el recubrimiento, que tienen una esfericidad de entre 0,88 y 0,92, y que tienen manchas de polvo visibles al microscopio a un aumento de 15x.
10. Material granular pulido y recubierto que puede obtenerse con el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8.
11. Material de KCl recubierto y pulido según la reivindicación 10, que tiene un recubrimiento en una cantidad de 6 pph o menos y una liberación de aproximadamente el 18 % o menos a los 7 días medida con una prueba de lixiviación en agua a 21 °C, de manera preferible de aproximadamente el 15 % o menos, en el que la prueba de lixiviación en agua se realiza tal como se describe en la descripción.
12. KCl compactado recubierto y pulido que tiene una esfericidad de entre 0,88 y 0,92 y que tiene una cantidad de recubrimiento de 6 pph o menos y una liberación de aproximadamente el 18 % o menos en el día 7 medida con una prueba de lixiviación en agua a 21 °C, de manera preferible de aproximadamente el 15 % o menos, en el que la prueba de lixiviación en agua se realiza tal como se describe en la descripción.
13. KCl compactado recubierto y pulido según la reivindicación 12, que tiene una o más de las siguientes

propiedades de liberación: una liberación a los 10 días de aproximadamente el 20 % o menos, de manera preferible de aproximadamente el 15 % o menos; y/o una liberación a los 30 días del 40 % o menos, preferiblemente del 35 % o menos; y/o una liberación a los 50 días del 50 % o menos, preferiblemente del 45 % o menos.

14. KCl compactado recubierto y pulido según una cualquiera de las reivindicaciones 10-13, en el que el KCl compactado recubierto y pulido tiene un d50 de entre 3-4 mm y un d90 inferior a 5,5 mm.

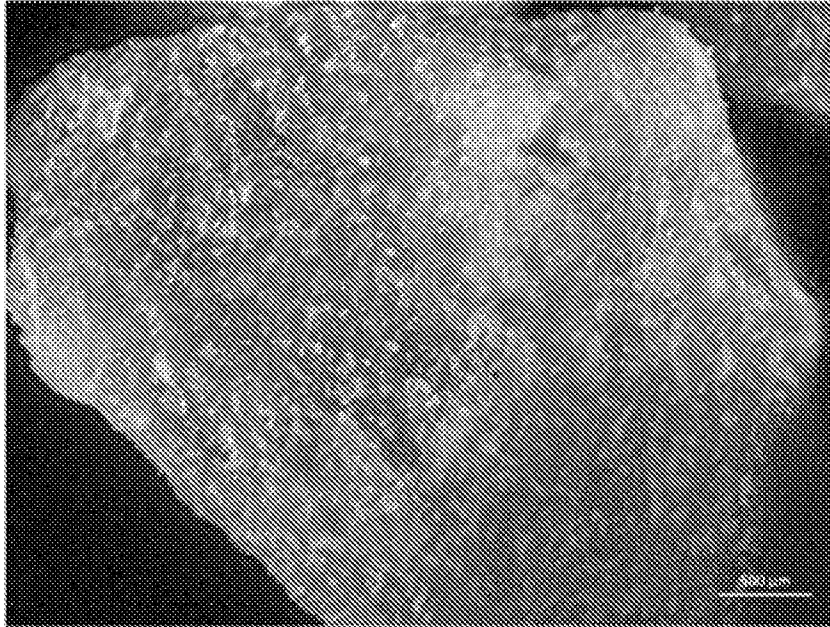
15. Uso de un dispositivo de tipo mezclador intensivo que consiste en un recipiente contenedor y al menos un conjunto de elementos de agitación que rotan en relación con elementos estáticos en dicho recipiente, para el pulido en seco de material granular de KCl, en el que el material granular tiene una esfericidad inferior a 0,87 antes del pulido y una esfericidad de entre 0,88 y 0,92 después del pulido en el que la esfericidad (SPHT) se mide con un aparato Camsizer de RETSCH y se define como

$$SPHT = 4 \frac{\pi A}{p^2}$$

donde p es el perímetro medido de una proyección de partículas y A es el área cubierta por una proyección de partículas.

Figura 1

A



B

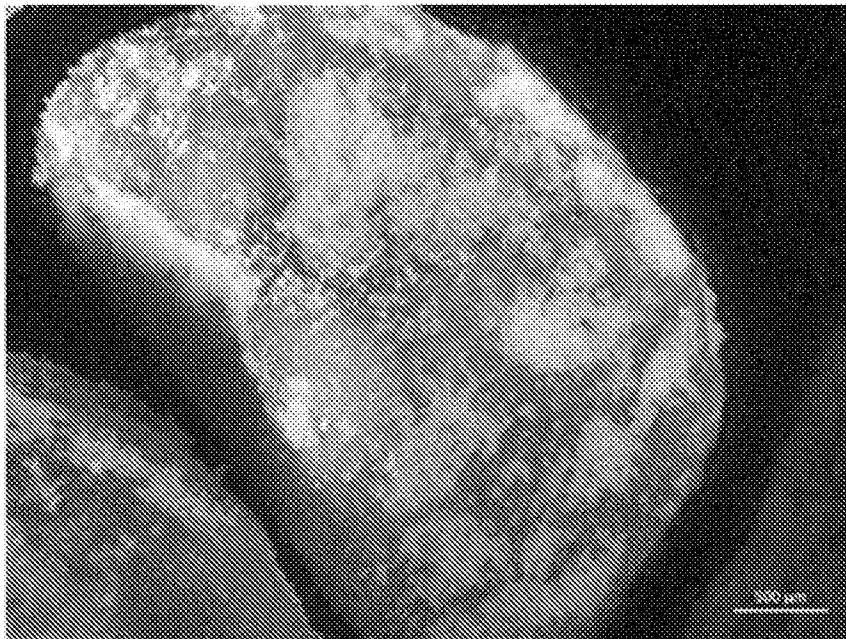


Figura 2

