

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **241944**  
(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **434356**

(22) Data zgłoszenia: **17.06.2020**

(51) Int.Cl.  
**C05G 3/40 (2020.01)**  
**C05G 5/30 (2020.01)**  
**C05G 5/12 (2020.01)**

(54)

**Sposób otrzymywania otoczkowanego nawozu stałego**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

**20.12.2021 BUP 38/21**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

**27.12.2022 WUP 52/22**

(73) Uprawniony z patentu:

**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT  
CIĘŻKIEJ SYNTEZY ORGANICZNEJ  
BLACHOWNIA, Kędzierzyn-Koźle, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**JAN WÓJCIK, Zalesie Śląskie, PL  
PRZEMYSŁAW BOBERSKI,  
Jastrzębie Zdrój, PL  
KAMILA TORCHAŁA, Chróstina, PL  
MAREK LUKOSEK, Kędzierzyn-Koźle, PL  
KRYSTYNA ZWIERZ, Kędzierzyn-Koźle, PL  
ŁUKASZ KOTYRBA, Kędzierzyn-Koźle, PL  
HANNA STUDNIK, Zwonowice, PL**

(74) Pełnomocnik:

**rzecz. pat. Renata Fiszer**

**PL 241944 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania otoczkowanego nawozu stałego, przede wszystkim nawozu wieloskładnikowego i mocznikowego.

Powlekanie nawozów pozwala na ukierunkowane uwalnianie składników odżywczych, co pozwala na zwiększenie plonów – nawóz działa efektywnie w czasie oraz nie występuje efekt przenawożenia upraw. Ponadto, ogranicza się ilość zabiegów agrotechnicznych, a co za tym, obniża się koszty produkcji rolnej. Stosowanie nawozów otoczkowanych pozwala na ograniczenie ilości emitowanych do atmosfery tlenków azotu. Nawozy o kontrolowanym uwalnianiu, zwane również nawozami o spowolnionym uwalnianiu, znane są od lat 60. XX wieku. W opisie patentowym US3313613 opisany został sposób wytwarzania otoczkowanego siarką mocznika. By wzmocnić strukturę otoczki siarkę na etapie topienia mieszano z substancjami pomocniczymi, na przykład woskami, czy nawet jak w opisie US4857098A, z samym mocznikiem. Ze względu na fakt, że na wskutek degradacji takich otoczek dochodziło do powstawania kwasu siarkowego, który powodował zakwaszenie gleby, technologia otoczek siarkowych została porzucona. Inny przykład porzuconej technologii jest opisany jest w opisie patentowym US3248255, według którego granulowany mocznik otacza się warstwą żywicy mocznikowo-formaldehadowej, powstającej na skutek natrysku mieszaniny formaldehydu z katalizatorem, bezpośrednio na ziarno mocznika. Metoda ta została wycofana ze względu na szkodliwe właściwości formaldehydu.

Obecnie znanych jest wiele różnych rodzajów materiałów otoczkujących, między innymi żywice, polimery termoplastyczne, termo-, chemo- lub światło- utwardzalne. Jednymi z najczęściej stosowanych jako otoczki są materiały poliuretanowe. W celu ich otrzymania osobno natrykuje się 2 komponenty, które po przereagowaniu tworzą warstwę filmu na powierzchni ziarna. Pierwszy komponent zawiera diizocyjanian (MDI, HDI, TDI), a drugi jest poliolem (najczęściej mieszanina dioli, trioli, pakietu katalizatorów i związków powierzchniowo czynnych). Przykład otrzymywania otoczek poliuretanowych opisany został w zgłoszeniu WO2011146026A2. Innym przykładem materiałów polimerowych wykorzystywanych jako otoczki, jak podaje opis 4019890, mogą być poliolefiny. Celem zoptymalizowania funkcjonalności otoczki, częstym jest zabieg polegający na wykorzystaniu kopolimerów, co pozwala na otrzymanie otoczki o ściśle określonej charakterystyce; przykład wykorzystania kopolimerów jako materiałów otoczkujących opisany został w opisie US4082533, według którego do stworzenia otoczki wykorzystany został kopolimer poli(etylen-octan winylu). W celu usprawnienia procesu uwalniania składników odżywczych stosuje się również kompozycje składające się z dwóch lub więcej warstw, w których możliwym jest sterowanie uwalnianiem poprzez dobór odpowiednich materiałów. Najczęściej stosuje się kompozycje, w których jedną warstwę stanowi polimer odpowiadający za profil uwalniania substancji odżywczych, drugą warstwę stanowi materiał hydrofobowy, który ogranicza przepuszczalność wody do wnętrza otoczki. Przykład nawozu otoczkowanego podwójną otoczką opisany został w zgłoszeniu DE102004013537, według którego otoczek składa się z poliuretanu oraz poliestru, a pożądane profile uwalniania uzyskuje się dzięki manipulacjom w składzie.

W świetle nowego unijnego Rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) 2019/1009 z dnia 5 czerwca 2019 r., ustanawiającego przepisy dotyczące rynku produktów nawozowych Unii Europejskiej, wymagany jest, by do lipca roku 2024 wszystkie elementy nawozu oraz jego opakowania wykonane były z substancji biodegradowalnych, w związku z czym intensywnie prowadzi się poszukiwania materiałów biodegradowalnych stanowiących alternatywę dla obecnie używanych polimerów o małej podatności na biodegradację. Do polimerów biodegradowalnych zaliczamy: polilaktydy (PLA, PLLA), polihydroksymaślan, polikaprolakton, polibursztyniany i polihydroksyalkaniany oraz polimery pochodzenia naturalnego jak skrobia, celuloza, lignina, chitozan i tym podobne, oraz ich modyfikacje, które zyskują na wadze. W zgłoszeniu US20120090366 opisany został przykład, w którym warstwę otoczkującą stanowi polilaktyd (PLA). W opisanym rozwiązaniu użyty został polilaktyd o nazwie handlowej Olygos firmy NatureWorks, a jako nawóz granulowany mocznik.

W zgłoszeniu patentowym CN 102363585 jako materiał stanowiący otoczkę wykorzystany został chitozan, a nawozem, który poddano otoczkowaniu był mocznik.

Celem wynalazku było opracowanie sposobu otoczkowania stałego nawozu sztucznego, w celu uzyskania ukierunkowanego uwalniania składników odżywczych i uniknięcia efektu przenawożenia upraw.

Okazało się, że jest możliwe uzyskanie nawozów sztucznych z biodegradowalną jedno lub wielowarstwową otoczką o odpowiedniej jakości na granulacji nawozu. Korzystne jest stosowanie naprzemiennie dwu typów warstw – hydrofobowej i polimerowej. Do tworzenia warstwy hydrofobowej używa

się modyfikowany kobaltową i/lub manganową solą kwasu 2-etyloheksanowego tłuszcz roślinny lub zwierzęcy zawierający wiązania nienasycone, a w szczególności olej roślinny, jak na przykład olej lniany lub rycynowy. Natomiast do tworzenia warstwy polimerowej używa się pochodnych celulozy takich jak octan celulozy, ftalan octanu celulozy lub ich mieszaninę oraz opcjonalnie trioctan gliceryny. Efektywne działanie nawozu o spowolnionym uwalnianiu składników pokarmowych uzyskuje się przy stosowaniu co najmniej 1 warstwy polimerowej i co najmniej 1 warstwy hydrofobowej. Kolejne warstwy, ich skład oraz ilość zależą od pożądanego profilu uwalniania substancji odżywczych.

Sposób otrzymywania otoczkowanego nawozu sztucznego według wynalazku polega na tym, że:

- granulowany nawóz sztuczny miesza się i wygrzewa przez 2–6 h w temperaturze 50–80°C z warstwą hydrofobową zawierającą tłuszcz roślinny lub zwierzęcy, posiadający wiązania nienasycone w cząsteczce, modyfikowany solą kobaltową i/lub manganową wyższych kwasów organicznych, otrzymaną poprzez wymieszanie tłuszczu i soli kobaltowej i/lub manganowej kwasu 2-etyloheksanowego w proporcji wagowej 10:1–20:1,
- do granulowanego nawozu w temperaturze minimum 50°C, powoli, stosując nadmuch gazu inertnego, wprowadza się metodą natryskową warstwę polimerową zawierającą:
  - octan celulozy i trioctan gliceryny,
  - lub – ftalan octanu celulozy i trioctan gliceryny,
  - lub octanomaślan celulozy i trioctan gliceryny.

Korzystnie jest, jeśli stosuje się naprzemiennie warstwę hydrofobową i polimerową.

Korzystnie jest, jeśli stosuje się dwie lub więcej warstw hydrofobowych i/lub polimerowych.

Korzystnie jest, jeżeli warstwę polimerową stosuje się w postaci roztworu w acetonie.

Korzystnie jest, jeżeli warstwę polimerową miesza się z nawozem w bębnie obrotowym.

Korzystnie jest, jeżeli warstwę polimerową wprowadza się stosując nadmuch azotu.

Korzystnie jest, jeżeli warstwę polimerową wprowadza się porcjami.

#### Przykład 1

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz z 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3 h w temperaturze 60–70°C.

Tak trzymane granule nawozu z naniesioną warstwą hydrofobową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 60°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową, wprowadza się warstwę polimerową – octan celulozy o  $M_n = 37000$  g/mol w postaci 7,5% roztworu acetonowego z dodatkiem trioctanu gliceryny jako plastyfikatora, w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru, porcjami tak, aby zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu. Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 2

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju rycynowego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 4 h w temperaturze 60°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 65°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (octan celulozy o  $M_n = 37000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego z dodatkiem trioctanu gliceryny w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru.

Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu. Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 3

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3h w temperaturze 60°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 60°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (octanomaślan celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego, porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu. Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 4

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3h w temperaturze 55°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 60°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (octanomaślan celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego z dodatkiem trójoctanu gliceryny w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru. Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 5

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju rycynowego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3h w temperaturze 60°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do minimum 50°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (octanomaślan celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego, porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany

#### Przykład 6

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu polifoski i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 2,5 h w temperaturze 70°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 75°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (octan celulozy o  $M_n = 37000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego z dodatkiem trójoctanu gliceryny w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru. Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 7

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu – polifoski i 5 g oleju rycynowego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3h w temperaturze 55°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 65°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer – octan celulozy o  $M_n = 37000$  g/mol w postaci 7,5% roztworu acetonowego z dodatkiem trójoctanu gliceryny w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru. Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 8

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu polifoski i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3h w temperaturze 55°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 60°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową, wprowadza się polimer (octanomaślan celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego, porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczowany.

#### Przykład 9

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu polifoski i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3h w temperaturze 70°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 65°C.

Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową, wprowadza się polimer (octanomaślan celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego z dodatkiem trójoctanu gliceryny w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru. Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczowany.

#### Przykład 10

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu – polifoski i 5 g oleju rycynowego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3 h w temperaturze 60°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 70°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (ftalan octanu celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego, porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczowany.

#### Przykład 11

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 4 h w temperaturze 60°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 65°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (ftalan octanu celulozy o  $M_n = 2534$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego, porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu. Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczowany.

#### Przykład 12

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3 h w temperaturze 60°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do minimum 70°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (ftalan octanu celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego

z dodatkiem trójoctanu gliceryny w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru. Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 13

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju rycynowego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3 h w temperaturze 55°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do minimum 65°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (ftalan octanu celulozy o  $M_n = 2534$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego, porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 14

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju rycynowego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 2 h w temperaturze 70°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 60°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimer (ftalan : octanu celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol) w postaci 7,5% roztworu acetonowego z dodatkiem trójoctanu gliceryny w ilości 5% wagowych w stosunku do ilości użytego polimeru. Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Przykład 15 (porównawczy)

Do zlewki wprowadza się 50 g granulowanego nawozu mocznikowego i 5 g oleju lnianego wymieszanego z 0,5 g kobaltowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości kobaltu równej 12% oraz 0,5 g manganowej soli kwasu 2-etyloheksanowego o zawartości manganu równej 10%. Zawartość zlewki miesza się i następnie wygrzewa się przez 3 h w temperaturze 65°C.

Następnie otrzymane granule nawozu z naniesioną warstwą olejową umieszcza się w obrotowym bębnie zaopatrzonym w nadmuch azotu i podgrzewa zawartość bębna do 60°C. Po ustaleniu temperatury do obracającego się bębna przy włączonym przedmuchu azotu, metodą natryskową wprowadza się polimery: ftalan octanu celulozy o  $M_n = 2534$  g/mol oraz octanomaślan celulozy o  $M_n = 70000$  g/mol, w stosunku 1:1 w postaci 7,5% roztworu acetonowego. Roztwór podaje się porcjami by zapobiec zbrylaniu się granulek nawozu.

Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się gotowy nawóz podwójnie otoczkowany.

#### Ocena otrzymanego nawozu podwójnie otoczkowanego

Nawozy otrzymane sposobem według wynalazku charakteryzują się spowolnionym działaniem. Właściwości otrzymanego nawozu otoczkowanego ocenia się określając szybkość, uwalniania składników odżywczych według normy PN-EN 13268:2003, pod tytułem: „Nawozy wolnodziałające – Oznaczenie uwalniania składników odżywczych – Metoda dla nawozów otoczkowanych”, z zachowaniem stosunku masowego nawozu do wody wynoszącego 1:50. W teście wykorzystany został nawóz przygotowany według przykładu 1. Oznaczanym składnikiem odżywczym był azot. Pierwsze oznaczenie przeprowadzono po 24 h mieszania, następne po 2, 3 i 7 i 28 dniach. Wyniki przedstawiono w poniższej tabeli. Według normy PN-EN 13288:2003 nawóz o spowolnionym uwalnianiu składników odżywczych musi spełniać poniższe kryteria:

- 1) nie więcej niż 15% udziału masowego uwolnionego składnika odżywczego ciągu 24 h,
- 2) nie więcej niż 75% udziału masowego uwolnionego składnika odżywczego w ciągu 28 dni.

Wyniki oznaczania uwalniania składników odżywczych (azot) z nawozu otoczkowanego otrzymanego sposobem według wynalazku:

| Dzień próby | Procent uwolnionego składnika odżywczego (azot) |
|-------------|-------------------------------------------------|
| 1           | 9,75%                                           |
| 2           | 16,72%                                          |
| 3           | 22,30%                                          |
| 7           | 40,41%                                          |
| 28          | 72,46%                                          |

Badana próbka nawozu otoczkowanego spełnia założenia normy PN-EN 13286:2003.

### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania otoczkowanego stałego nawozu sztucznego, **znamienny tym**, że:
  - granulowany nawóz sztuczny miesza się i wygrzewa przez 2–6 h w temperaturze 50–80°C z warstwą hydrofobową zawierającą tłuszcz roślinny lub zwierzęcy, posiadający wiązania nienasycone w cząsteczce, modyfikowany solą kobaltową i/lub manganową wyższych kwasów organicznych, otrzymaną poprzez wymieszanie tłuszczu i soli kobaltowej i/lub manganowej kwasu 2-etyloheksanowego w proporcji wagowej 10:1–20:1,
  - do granulowanego nawozu w temperaturze minimum 50°C, powoli, stosując nadmuch gazu inertnego, wprowadza się metodą natryskową warstwę polimerową zawierającą:
    - octan celulozy i trójoctan gliceryny,
    - lub – ftalan octanu celulozy i trójoctan gliceryny,
    - lub octanomaślan celulozy i trójoctan gliceryny.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się naprzemiennie warstwę hydrofobową i polimerową.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się dwie lub więcej warstw hydrofobowych i/lub polimerowych.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że warstwę polimerową stosuje się w postaci roztworu w acetonie.
5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że warstwę polimerową miesza się z nawozem w bębnie obrotowym.
6. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że warstwę polimerową wprowadza się stosując nadmuch azotu.
7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że warstwę polimerową wprowadza się porcjami.