



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00456**

(22) Data de depozit: **18.06.2014**

(41) Data publicării cererii:
30.12.2014 BOPI nr. **12/2014**

(71) Solicitant:

• INSTITUTUL NATIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
PEDOLOGIE, AGROCHIMIE ȘI PROTECȚIA
MEDIULUI - ICPA BUCUREȘTI,
BD. MĂRĂȘTI NR.61, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

• SÎRBU CARMEN EUGENIA,
STR. INDEPENDENȚEI NR. 10, BL. 6, SC. A,
ET. 3, AP. 8, CRAIOVA, DJ, RO;
• CIOROIANU TRAIAN MIHAI, BD. MĂRĂȘTI
NR. 61, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• DUMITRU MIHAIL, STR. SPINIȘ NR. 2,
BL. 105, SC. C, ET. 1, AP. 23, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) **FERTILIZANT COMPLEX CU SUBSTANȚE HUMICE ȘI
METODĂ DE APLICARE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un fertilizant complex, lichid, cu substanțe humice, cu aplicare extraradiculară, prin pulverizare pe frunze, sau radiculară, prin încorporare în sol, fertigare, udare cu picătura și la o metodă de aplicare a acestuia. Fertilizantul conform inventiei este constituit din 152,2...271,8 g/l azot total, din care 139,4...147,2 g/l sub formă amidică, 6,2...66,9 g/l amoniacală și 0...65,5 g/l nitrică, 10...35 g/l pentaoxid de fosfor, 5...40 g/l oxid de potasiu, microelementele fier, cupru, zinc, magneziu, mangan, bor, sulf, ca SO₃ în concentrație 5,5...28,3 g/l, și substanțe organice 12,8...22,7 g/l, din care 3,3...10 g/l substanțe humice, fiind obținut prin introducerea într-o matrice de tip NPK, rezultată prin neutralizarea acidului fosforic cu carbonat/hidroxid de potasiu, folosind ca sursă de azot uree,

azotat de amoniu și/sau, respectiv, sulfat de amoniu, și adăugarea unei soluții de microelemente fier, cupru, zinc, mangan, magneziu, bor chelatați cu sarea disodică a acidului etilendiaminotetraacetic și acid citric, și a unei soluții de humat de potasiu. Metoda conform inventiei constă în aceea că produsul se administrează sub formă de soluție apoasă de concentrație 0,1...10%, în cantitate de 200...10.000 l/ha, în 2...3 tratamente, în funcție de procedeul de fertilizare foliară sau radiculară, tipul de cultură și fază de vegetație a plantei, respectiv, în doze de 50...300 l/ha, la aplicarea radiculară prin încorporare în sol.

Revendicări: 2

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



a 2014 00456
18-06-2014

12

Fertilizant complex cu substanțe humice și metodă de aplicare

Invenția se referă la un îngrășământ lichid cu o structură complexă, constituit dintr-o matrice de tip NPK continând, azot, fosfor, potasiu, cu adaos de mezo și microelemente magneziu, sulf, fier, zinc, cupru, bor, mangan, chelatate și substanțe humice extrase din masă cărbunoasă, lignit sau leonardit și la o metodă de aplicare a acestuia.

Fertilizantul cu substanțe humice se aplică extraradicular prin pulverizare pe frunze sau radiculară, prin incorporare în sol, fertigare sau udare cu picătura.

Utilizarea mezo și microelementelor ca fier, cupru, zinc, calciu, magneziu și mangan chelatate cu substanțe organice naturale constituite din acizi humici și fulvici sunt mai ușor absorbite de către plante, iar prezenta humatilor / fulvatilor distrug ori reduce bacteriile, virusii, fungii ori alti factori patogeni când sunt aplicati pe plante prin tratamente foliare.

Aplicarea substanțelor humice prin încorporare în sol conduce la îmbunătățirea caracteristicilor fizice, chimice și microbiologice ale acestuia, îmbunătățește schimbul ionic și ajută la o asimilare mai bună a nutrientilor de către plante.

Substanțele humice asigură un substrat energetic pentru desfasurarea activității microflorei din zona risosferelor și reprezintă un important agent de chelatare pentru ionii metalici, de formare a compușilor organo-metalici cu B, Cu, Ca, Fe, Mg, Mo, Zn cu un rol important în păstrarea proprietăților solului, îmbunătățind astfel fertilitatea acestuia și caracteristici fizico-chimice, concomitent cu prevenirea degradării sale.

Se cunosc numeroase procedee de obținere a îngrășămintelor lichide cu aplicare extraradiculară cu conținut de macroelemente: azot, fosfor, potasiu, microelemente ca fier, cupru, zinc, mangan, bor, cobalt, nichel, molibden chelatizate care constau în obținerea fosfațiilor de potasiu și amoniului prin neutralizarea acidului fosforic cu amoniac și/sau carbonat sau hidroxid de potasiu, adăos de uree pentru asigurarea azotului sub formă amidică și microelemente sub formă de sulfați sau azotați (RO 108953, RO 93426, RO 91355, RO 198954, RO 121814, RO 116082).

O parte din îngrășăminte lichide conțin substanțe organice de sinteză, cum ar fi acidul etilendiaminotetraacetic - EDTA sau unele din sărurile sale (RO 108341, RO 113846, RO 116082), cu rolul de a menține speciile nutritive, mezo și microelementele în soluție și a usura absorbtia lor de către plante prin sistemul foliar.

Se cunoaște o gamă largă de fertilizanți ce conțin azot, fosfor, potasiu și microelemente și substanțe organice naturale sau de sinteză, extracte din plante, hidrolizate proteice sau gluco-proteice, naftenați, acizi organici policarbozilici sau poliooli, etanolamine (RO 108953, RO 112610, RO 113846, RO 116081, RO 116082, RO 118953, RO 123139, RO 123140), și substanțe humice naturale extrase din lignit, leonardit, naftenați sau lignosulfonați, introduse cu scopul de a îngreneri absorbtia și pătrunderea în frunze a speciilor ionice sau moleculelor, creșterea fotosintizei și dezvoltarea nutriției plantelor (RO 103651, RO 103652, RO 95689, RO 116080, RO 116081, RO 116189, RO 120403, US 5,302,180, US 7,198,805, WO 2008/053339, US 2008/0160111, WO 97/49288, RO 108954, RO 111931, RO 113934, RO 116083, RO 116084, RO 116189, RO 123026).



Se cunosc numeroase brevete care au ca obiect separarea, obținerea și aplicarea îngrășămintelor cu acid humic și substanțe fulvici, iar unele din cele mai recente US 0232345/2011, US 7678160/2011, EP1144342/2007, OMPI WO/2011/007319, OMPI WO/2009/053625 descriu metode de preparare a unor îngrășământe cu substanțe humice și / sau fulvice, precum și proprietatile de chelatare ale acestora.

Problema tehnică pe care o rezolvă inventia constă în obținerea unor compozitii fertilizante complexe și stabile fizico-chimic ce conțin substanțe humice cu rol biostimulator și chelatant într-o matrice de săruri minerale, mezo și microelemente, care optimizează nutriția plantelor, stimulează dezvoltarea vegetativă radiculară și extraradiculară, cresc activitatea de fotosinteză și rezistența plantelor la factorii de stres climatic și tehnologic.

Substanțele humice sunt compușii cu o structură preponderent cvasiamorfă, polimeri tridimensionali, formați din unități structurale reprezentate dintr-un nucleu aromatic rezultat din heteroplicondensarea radicalilor fenolici și chinonici și din catene alifatice reprezentate de aminoacizi, peptide, proteine, uronide, aminoglucide. Gradul de polimerizare a nucleelor aromatic este determinat de natura microflorei și microfaunei, sursa și structura reziduurilor vegetale, precum și condițiile în care are loc procesul de humificare, temperatură, presiune, pH, umiditate, prezența cationilor în soluția solului, concentrația de oxigen.

Se estimează că o formulă aproximativă a acizilor humici ar putea fi definită prin $C_{187}H_{189}O_{89}N_9S$, iar pentru acizii fulvici $C_{68}H_{91}O_{48}N_3S$, acestea însă diferă în funcție de natura materiilor prime și procesele de obținere, separare utilizate.

Pentru obținerea fertilizantului ce face obiectul prezentei invenții ca sursă de substanțe organice naturale cu proprietăți chelatante s-a utilizat o soluție de substanțe humice conținând humati și fulvați de potasiu, obținuți din lignit prin extracție cu o soluție de hidroxid de potasiu în mediu oxidant de acid azotic și insuflare de aer. Soluția de humat de potasiu rezultată și utilizată pentru obținerea fertilizantului a avut o concentrație de 5...25 g/l K_2O și 5...50 g/l acizi humici.

Caracterizate prin metoda de analiza termică diferențială (TG, DTG, DTA și DSC) substanțele humice extrase din masa carbunoasă, lignit, utilizate pentru obținerea fertilizanților se degradează în intervalul de temperatură 20...900° C prin intermediul a două procese succesive, însotite de pierderi de masă.

Prima etapa este însotită de o pierdere de masă de 20...25 % și se petrece până la temperatura de 175° C, iar a doua de o pierdere de masă 60...80 % și are loc între 345...650° C. Această etapa este însotită de un efect termic exoterm puternic care începe la 380° C și se încheie la 650° C. Primul proces, ce constă în deshidratarea substanțelor humice, este endoterm, iar cel de-al doilea este exoterm și constă într-un proces de descompunere și / sau termo-oxidarea a substanțelor humice.

Fertilizantul ce face obiectul prezentei invenții este obținut prin introducerea într-o matrice de tip NPK rezultată prin neutralizarea acidului fosforic cu carbonat/hidroxid de potasiu, folosind ca sursă de azot uree, azotat de amoniu și/sau respectiv sulfat de amoniu, sau dizolvarea fosfaților de potasiu, respectiv amoniu și adăugarea unei soluții de microelemente fier, cupru, zinc, mangan, magneziu, bor chelatate cu sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic și a unei soluții de humat de potasiu.



Fertilizantul complex lichid cu aplicare extraradiculară sau radiculară, conform invenției, constă în macronutrienții: 152,2...271,8 g/l azot total din care 139,4...147,2 g/l sub forma amidica, 6,2...66,9 g/l amoniacala și 0...65,5 nitrica, 10...35 g/l pentaoxid de fosfor, 5...40 g/l oxid de potasiu și microelementele 0,1...0,2 g/l cupru, 0,1...0,2 g/l zinc, 0,2...0,4 g/l fier, 0,1...0,2 g/l mangan, 0,2...0,3 g/l magneziu, complet chelatizate cu sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic și acid citric, 0,1...0,3 g/l bor, 5,5...28,3 g/l sulf ca SO_3 , 12,8...22,7 g/l substante organice, din care 3,3...10 g/l substante humice și un pH = 6,8....8,2.

Metoda de aplicare a fertilizantului complex lichid, conform inventiei, constă în aceea că produsul se administrează sub formă de soluție apoasă de concentrație 0,01...10% în cantitate de 200...10000 l/ha, în 2...3 tratamente, în funcție de procedeul de fertilizare foliară sau radiculară, tipul de cultură și faza de vegetație a plantei, respectiv în doze de 50 – 300 l/ha la aplicarea radiculară prin încorporare în sol.

Se dau în continuare 3 exemple de realizare a inventiei:

Exemplul 1 48,72 g acid fosforic de concentrație 85% se neutralizează cu 46,97,2 g carbonat de potasiu, reacția având loc sub agitare continuă și la o temperatură constantă de 25...30 °C, adăugarea treptată, pastrand temperatura la 28...30 °C a 312,57 g uree ca sursă de azot sub formă amidică, 29,4 g sulfat de amoniu ca sursa de azot amoniacial și sulf, rezultand o soluție de macronutrenți azot, fosfor, potasiu și mezoelementul sulf și un pH = 6,2...6,5, ce se răcește la 20...25°C.

Peste soluția de macronutrenți obținuta se adaugă 100 cm³ dintr-o soluție de microelemente ce conține pentru un litru de fertilizant: 0,59 g cupru sub formă de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0,53 g zinc sub formă de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 1,99 g fier sub formă de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0,61 g mangan sub formă de $\text{Mn}(\text{SO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 3,08 g magneziu sub formă de $\text{Mg}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 2,65 g bor sub formă de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ chelatate / complexate sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic, respectiv acid citric și 300 cm³ soluție humat de potasiu de concentrație 30 g/l acizi humici și 10 g/ K_2O și se agita timp 1 ora.

Fertilizantul complex obținut conform invenției, prezintă urmatoarele caracteristici: 152,2 g/l azot total, din care 146 g/l sub formă amidică și 6,2 g/l amoniacala, 30 g/l pentaoxid de fosfor, 35 g/l oxid de potasiu și microelementele 0,15 g/l cupru, 0,12 g/l zinc, 0,40 g/l fier, 0,20 g/l mangan, 0,30 g/l magneziu, complet chelatizate cu sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic și acid citric, 0,30 g/l bor, 19,7 g/l sulf ca SO_3 , 22,7 g/l substante organice, din care 10 g/l substante humice și un pH = 7....7,5.

Fertilizantul din exemplul 1 aplicate la rapiță pe cernoziom cambic ca soluție de concentrație 1% în cantitate de 3...6 l/ha a condus la sporuri de producție cuprinse între 10...15%, iar aplicat la porumb cultivat pe cernoziom cambic în doză de 200...300 l/ha s-au obținut sporuri cuprinse între 36...39,0%.

Exemplul 2 56,84 g acid fosforic de concentrație 85% se neutralizează cu 46,47 g hidroxid de potasiu, reacția având loc sub agitare continuă și la o temperatură constantă de 25...30 °C, adăugarea treptată, pastrand temperatura la 28...30 °C a 308,7 g uree ca sursă de azot sub formă amidică și 60 g azotat de amoniu ca sursa de azot amoniacial și nitric și 41,25 g sulfat de amoniu ca sursa de azot amoniacal și sulf, rezultand o soluție de macronutrenți azot, fosfor, potasiu și mezoelementul sulf și un pH = 6,3...6,8, ce se răcește la 20...25°C.



Peste solutia de macronutrienti si mezoelemente obtinuta se adauga 100 cm³ dintr-o soluție de microelemente ce contine pentru un litru de fertilizant: 0,78 g cupru sub forma de CuSO₄ · 5H₂O, 0,88 g zinc sub forma de ZnSO₄ · 7H₂O, 1,99 g fier sub forma de FeSO₄ · 7H₂O, 0,61 g mangan sub forma de Mn(SO₄) · H₂O, 3,08 g magneziu sub forma de Mg(SO₄) · 7H₂O, 2,65 g bor sub forma de Na₂B₄O₇ · 10H₂O chelata / complexate sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic, respectiv acid citric si 100 cm³ solutie humat de potasiu de concentratie 30 g/l acizi humici si 10 g/l K₂O si se agita timp 1 ora.

Fertilizantul complex obtinut conform invenției, prezinta urmatoarele caracteristici: 176,9 g/l azot total, din care 147,2 g/l sub forma amidica, 19,2 g/l amoniacala si 10,5 nitrica, 35 g/l pentaoxid de fosfor, 40 g/l oxid de potasiu și microelementele 0,20 g/l cupru, 0,20 g/l zinc, 0,40 g/l fier, 0,20 g/l mangan, 0,30 g/l magneziu, complet chelatizate cu sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic si acid citric, 0,30 g/l bor, 28,3 g/l sulf ca SO₃, 15,8 g/l substante organice, din care 3,3 substante humice si un pH = 6,8....7,8.

Fertilizantul din exemplul 2 aplicate la vita de vie pe faeoziom argic ca solutie de concentratie 0,5% in cantitate de 6...8 l/ha a condus la sporuri de productie cuprinse intre 20...24%, iar aplicat la tomate cultivate pe cernoziom cambic in solar in doza de 150...200 l/ha s-au obtinut sporuri cuprinse intre 32...40%.

Exemplul 3 peste 640 cm³ solutie UAN 32% ce contine 15,5% azotat din azotat de amoniu si 16,5% din uree se adauga 16,25 g acid fosforic de concentratie 85%, 6,85 g sulfat de amoniu si se neutralizeaza cu 3,85 g carbonat de potasiu, reacția avand loc sub agitare continuă și la o temperatură constantă de 25...30 °C, rezultand o solutie de macronutrenti azot, fosfor, potasiu si mezoelementul sulf și un pH = 7,2...8,0, ce se răcește la 20...25°C.

Peste solutia de macronutrienti obtinuta se adauga 100 cm³ dintr-o soluție de microelemente ce contine pentru un litru de fertilizant: 0,40 g cupru sub forma de CuSO₄ · 5H₂O, 0,45 g zinc sub forma de ZnSO₄ · 7H₂O, 1,0 g fier sub forma de FeSO₄ · 7H₂O, 0,31 g mangan sub forma de Mn(SO₄) · H₂O, 2,05 g magneziu sub forma de Mg(SO₄) · 7H₂O, 0,88 g bor sub forma de Na₂B₄O₇ · 10H₂O chelata / complexate sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic, respectiv acid citric si 330 cm³ solutie humat de potasiu de concentratie 15 g/l acizi humici si 8 g/l K₂O si se agita timp 1 ora.

Fertilizantul complex obtinut conform invenției, prezinta urmatoarele caracteristici: 271,8 g/l azot total, din care 139,4 g/l sub forma amidica, 66,9 g/l amoniacala si 65,5 nitrica, 10 g/l pentaoxid de fosfor, 5 g/l oxid de potasiu și microelementele 0,10 g/l cupru, 0,10 g/l zinc, 0,20 g/l fier, 0,10 g/l mangan, 0,20 g/l magneziu, complet chelatizate cu sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic si acid citric, 0,10 g/l bor, 5,5 g/l sulf ca SO₃, 12,8 g/l substante organice, din care 4,95 substante humice si un pH = 7,2....8,2.

Fertilizantul din exemplul 3 aplicat radicular la floarea soarelui cultivata pe cernoziom cambic nefertilizat de bază in 2 tratamente ca solutie de concentratie 10% și volum 500 l/ha a condus la sporurile de producție de 22... 25%.



Fertilizant complex cu substante humice și metodă de aplicare

Revendicări

1. Fertilizantul complex lichid cu aplicare foliară sau radiculară, perfect miscibile cu apa, cu un raport echilibrat în macronutrienți, o concentrație mare în microelemente, care favorizează nutriția suplimentară rapidă a plantelor în funcție de metoda de aplicare și fazele de vegetație, caracterizat prin aceea că este constituit din: 152,2...271,8 g/l azot total din care 139,4...147,2 g/l sub forma amidica, 6,2...66,9 g/l amoniacala și 0...65,5 nitrica, 10...35 g/l pentaoxid de fosfor, 5...40 g/l oxid de potasiu și microelementele 0,1...0,2 g/l cupru, 0,1...0,2 g/l zinc, 0,2...0,4 g/l fier, 0,1...0,2 g/l mangan, 0,2...0,3 g/l magneziu, complet chelatizate cu sarea disodica a acidului etilendiaminotetraacetic și acid citric, 0,1...0,3 g/l bor, 5,5...28,3 g/l sulf ca SO_3 , 12,8...22,7 g/l substante organice, din care 3,3...10 g/l substante humice și un pH = 6,8...8,2.

2. Metoda de aplicare a fertilizantului complex lichid, conform invenției, constă în aceea că produsul se administrează sub formă de soluție apoasă de concentrație 0,1...10% în cantitate de 200...10000 l/ha, în 2...3 tratamente, în funcție de procedeul de fertilizare foliară sau radiculară, tipul de cultură și fază de vegetație a plantei, respectiv în doze de 50 – 300 l/ha la aplicarea radiculară prin încorporare în sol.

