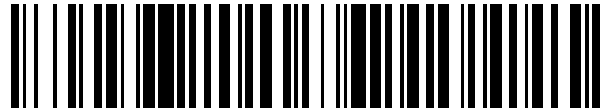


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 559 413**

51 Int. Cl.:

C05C 9/00 (2006.01)
C05C 9/02 (2006.01)
C05C 1/00 (2006.01)
C05G 3/00 (2006.01)
C08G 12/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.01.2007 E 07797085 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.10.2015 EP 1993976**

54 Título: **Fertilizante líquido con alto contenido de nitrógeno**

30 Prioridad:

21.02.2006 US 357409

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

12.02.2016

73 Titular/es:

**KOCH AGRONOMIC SERVICES, LLC (100.0%)
4111 East 37th Street North
Wichita, Kansas 67220, US**

72 Inventor/es:

**PHILLIPS, JAMES C.;
WERTZ, STACEY L. y
GABRIELSON, KURT D.**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 559 413 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).

Fertilizante líquido con alto contenido de nitrógeno**DESCRIPCIÓN**

La presente invención se dirige a una composición de fertilizante líquido que tiene un alto contenido de nitrógeno. La invención se dirige particularmente a un fertilizante líquido acuoso que comprende una mezcla de una solución acuosa concentrada de una resina de urea-formaldehído y una fuente de fertilizante nitrogenado separada seleccionada del grupo que consiste en nitrato amónico, urea y una mezcla de nitrato amónico y urea. Los fertilizantes líquidos de la presente invención poseen generalmente puntos de congelación reducidos y temperaturas de precipitación salina reducidas.

El nitrógeno es un nutriente esencial para apoyar el crecimiento y el desarrollo de las plantas, incluyendo las gramíneas. A la mayoría de las plantas cultivadas para producir alimento, para el consumo bien por seres humanos o bien por animales, se les administra alguna forma de fertilizante nitrogenado. La fertilización de céspedes también consume grandes cantidades de fertilizantes nitrogenados.

La urea continúa siendo la fuente de fertilizante nitrogenado más ampliamente usada. Aunque la mayoría de la urea se usa en una forma granular, los fertilizantes líquidos que usan urea en alguna forma continúan ocupando un segmento importante del mercado de los fertilizantes. Probablemente, los más comunes de los fertilizantes líquidos basados en urea son soluciones acuosas de urea y una solución acuosa de urea y nitrato amónico, identificadas como soluciones de UAN (las soluciones de nitrato amónico (AN) sin urea añadida también se usan en alguna extensión como un fertilizante nitrogenado). La más concentrada de estas soluciones acuosas contiene aproximadamente 32% en peso de nitrógeno y se elabora a partir de 34 a 35% de urea, 46 a 45% de nitrato amónico y el resto agua. Esta solución concentrada de fertilizante tiene una temperatura de precipitación salina de aproximadamente 0 a -2°C, lo que limita las zonas en las que se puede usar de forma segura sin añadir complejidad en el transporte y el almacenamiento. La temperatura de precipitación salina se puede disminuir adicionalmente incrementando el contenido de agua y sacrificando así la concentración de nitrógeno total del fertilizante acuoso. Así, en climas fríos, el contenido de nitrógeno máximo de tales soluciones habitualmente es de aproximadamente 28% en peso.

Se pueden preparar soluciones de urea con contenidos de sólidos de hasta aproximadamente 50% en peso. Soluciones que contienen aproximadamente 20% de urea son comunes para aplicaciones de fertilizantes para césped. Tales soluciones también se deben manejar apropiadamente para evitar complicaciones debidas a la cristalización (precipitación salina) de urea a bajas temperaturas.

Una vez aplicada al suelo, la urea de tales fertilizantes se convierte enzimáticamente en amoníaco mediante ureasa, una enzima producida por microorganismos endógenos del suelo. A continuación, el amoníaco se hidroliza rápidamente en iones amonio. En el suelo, algunos de los iones amonio, ya procedan del amoníaco hidrolizado o del nitrato amónico, son asimilados directamente por las plantas, pero la mayoría es convertida en nitrato mediante el proceso de nitrificación. Una vez en forma de nitrato, el nitrógeno es más fácilmente asimilado directamente por las plantas.

Aunque en el uso intensivo, uno de los problemas con el uso de soluciones de urea, AN y UAN como la fuente de nitrógeno es que alguna fracción del nitrógeno se pierde después de la aplicación de diversos modos, incluyendo la volatilización como amoníaco, la desnitrificación hasta nitrógeno gaseoso y la percolación de nitrato. Se ha estimado que la pérdida de nitrógeno para tales fertilizantes está en algún punto entre 30% y 60%.

La técnica de los fertilizantes también ha desarrollado una amplia variedad de fertilizantes líquidos basados en la reacción entre urea y formaldehído. Tales fertilizantes de resina de urea-formaldehído se han formulado y usado como un modo de proporcionar una liberación más controlada (a veces caracterizada como una prolongada) de los índices de nitrógeno de modo que la disponibilidad del nitrógeno se adapte de forma prometedora más exactamente a los requerimientos de nitrógeno de las plantas con el transcurso del tiempo. De este modo, se cree que se puede reducir la pérdida de nitrógeno comúnmente asociada con los fertilizantes nitrogenados de liberación rápida, tales como soluciones de urea y UAN. Sin embargo, cuando se formulan con altos contenidos de sólidos para maximizar el índice de nitrógeno total, estos fertilizantes líquidos presentan a veces sus propios problemas de estabilidad.

A pesar de estas ineficacias y problemas potenciales inherentes, los fertilizantes líquidos basados en tales formulaciones continúan siendo un modo atractivo de aplicar fertilizantes nitrogenados a las plantas. Por esa razón, la técnica de los fertilizantes continúa buscando composiciones mejoradas y modos para proporcionar un líquido concentrado de fertilizante nitrogenado que sea más estable y menos tendente a la precipitación salina.

El documento US 3.515.533 divulga una solución amoniacante fertilizante estable que comprende urea y formaldehído como fertilizantes individuales, en donde se usa nitrato amónico como un estabilizante a fin de evitar la formación de precipitados que consistan en polímeros de urea-formaldehído.

El documento US 3.092.486 divulga un procedimiento para preparar una solución amoniacante que contiene urea y formaldehído, en donde se añade nitrato amónico y forma hexametilentetramina después de la reacción con el formaldehído.

El documento US 2002/0043086 A1 divulga una resina líquida de urea-formaldehído de liberación controlada para el uso como un fertilizante y un método para su fabricación.

5 El documento US 4.304.588 describe un procedimiento para la preparación de un concentrado estable al almacenamiento de compuestos nitrogenados solubles en agua para la alimentación foliar de plantas que comprende hacer reaccionar una solución acuosa de urea y formaldehído bajo condiciones específicas.

El documento US 6.306.194 B1 se refiere a un fertilizante líquido de urea-formaldehído de liberación controlada preparado combinando formaldehído, urea y amoníaco bajo condiciones que dan como resultado la formación de una resina.

10 El documento US 5.449.394 describe un método para preparar una composición alimenticia para plantas, líquida, no polimérica, de liberación controlada, nitrogenada, mediante la reacción de condensación de aproximadamente una molécula de amoníaco, aproximadamente dos moléculas de urea y aproximadamente tres moléculas de formaldehído bajo condiciones de reacción específicas.

15 La presente invención proporciona una composición acuosa de fertilizante nitrogenado que comprende una mezcla de una resina de urea-formaldehído y una fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en urea, nitrato amónico y una mezcla de urea y nitrato amónico que tiene una concentración de sólidos de al menos 70% en peso; en donde la resina de urea-formaldehído tiene un contenido de urea cíclica, basado en 100% de sólidos de la resina, de más de 40% en peso y un contenido de urea libre de menos de 10% en peso; en donde la resina de urea-formaldehído se prepara haciendo reaccionar urea, formaldehído y amoníaco en una relación molar de formaldehído/urea/amoníaco de 1-4/1/0,5-1 en agua bajo una condición de reacción alcalina.

20 En otra realización, la presente invención proporciona un método de fertilización que comprende aplicar a una planta la composición acuosa fertilizante de la presente invención.

Realizaciones preferidas se indican en las subreivindicaciones.

25 La presente invención se basa en el descubrimiento de que la combinación de fertilizantes líquidos concentrados que contienen resinas de urea-formaldehído de liberación controlada con soluciones de urea, soluciones de nitrato amónico (AN) y soluciones de urea-nitrato amónico (UAN) puede producir una composición de fertilizante líquido que tiene un incremento en su contenido de nitrógeno, con relación a las soluciones de urea, AN y UAN solas, y que tiene una estabilidad térmica (a baja temperatura) mejorada.

30 Los solicitantes han descubierto específicamente que cualquiera o ambos del punto de congelación y la temperatura de precipitación salina de las soluciones de urea, las soluciones de nitrato amónico (AN) y las soluciones de urea-nitrato amónico (UAN) se pueden disminuir mediante la adición de composiciones de fertilizante líquido de resinas de urea-formaldehído de liberación controlada concentradas. De este modo, son posibles soluciones de fertilizantes de concentraciones de sólidos superiores (y así concentraciones de nitrógeno superiores) mientras se reduce el riesgo de precipitación salina.

35 Así, la presente invención se dirige a una composición de fertilizante líquido de un alto contenido de nitrógeno que comprende una solución acuosa de una resina de urea-formaldehído y una fuente de fertilizante nitrogenado separada seleccionada del grupo que consiste en urea, nitrato amónico y una mezcla de urea y nitrato amónico (también denominada en la presente urea-nitrato amónico). La invención también se dirige al método relacionado de uso del fertilizante líquido para fertilizar plantas, incluyendo gramíneas.

40 El primer componente de la composición de fertilizante líquido de la presente invención es una solución acuosa concentrada de resina de urea-formaldehído. Este componente proporciona al fertilizante líquido una propiedad de nitrógeno de liberación controlada. Este componente también hace que la composición de fertilizante líquido definitiva tenga un punto de congelación y/o una temperatura de precipitación salina mejoradas.

45 Según la presente invención, la solución acuosa concentrada de resina de urea-formaldehído se prepara haciendo reaccionar urea y formaldehído y amoníaco bajo condiciones de reacción alcalinas. El uso de una relación molar de formaldehído (F) a urea (U) a amoníaco (A) (F:U:A) en un intervalo específico para elaborar la solución concentrada de resina de urea-formaldehído se define en la reivindicación 1. Hay una variedad de procedimientos conocidos en la técnica anterior para elaborar tales resinas y en los aspectos más amplios de la presente invención se pretende que tales procedimientos y las soluciones acuosas de urea-formaldehído resultantes estén abarcados por la presente invención. Es importante que la reacción entre la urea, el formaldehído y el amoníaco se efectúe bajo 50 condiciones de reacción alcalinas de modo que se forme la especie de urea metilolada. Son comunes temperaturas de reacción entre 50 y 100°C, siendo posible un período de tiempo de reacción tan corto como 30 minutos o tan largo como 5 horas.

55 Según la presente invención, una resina de urea-formaldehído de un contenido de triazona (urea cíclica) superior se utiliza como la solución acuosa de una resina de urea-formaldehído. Los solicitantes han determinado que esta resina de urea-formaldehído de contenido de triazona superior ayuda de forma similar a reducir el punto de congelación y especialmente la temperatura de precipitación salina de soluciones elaboradas con una fuente de

fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en urea, nitrato amónico y una mezcla de nitrato amónico y urea (p. ej., UAN). Se espera que las soluciones resultantes también exhiban perfiles de liberación de liberación prolongada deseables.

5 Se pueden preparar resinas de urea-formaldehído adecuadas de un contenido de triazona (urea cíclica) superior haciendo reaccionar formaldehído, urea y amoníaco en una relación molar (F:U:A) en el intervalo de 1,0-4,0:1,0:0,5-1,0. En tales resinas, la relación de ureas cíclicas a ureas di- y trisustituidas y ureas monosustituidas varía con la relación molar de los reaccionantes. Por ejemplo, se esperaría que una resina preparada con una relación molar de 2,0:1,0:0,5 (F:U:A) produjera una solución que contendría aproximadamente 42% de ureas cíclicas, aproximadamente 28% de ureas di/trisustituidas, aproximadamente 24% de ureas monosustituidas y
10 aproximadamente 5% de urea libre.

Métodos para elaborar tales resinas de urea-formaldehído de contenido de triazona superior son conocidos por los expertos en la técnica. Se prefieren especialmente resinas de urea-formaldehído que tienen un alto contenido de urea cíclica y un bajo contenido de urea libre. Resinas de urea-formaldehído de un alto contenido de urea cíclica adecuadas para el uso en este aspecto preferido de la invención se describen, por ejemplo, en el documento U.S. 6.114.491. Según se describe en el Ejemplo 1 de esta patente, se pueden preparar resinas de urea-formaldehído con contenidos de urea cíclica de 75%.
15

Otros modos adicionales de elaborar resinas de urea-formaldehído que contienen triazona (urea cíclica) son conocidos por los expertos en la técnica y en su aspecto más amplio la presente invención no se limita a ningún tipo de resina particular. A este respecto, se hace referencia a las Patentes de EE. UU. N° 4.554.005, 4.599.102, 4.778.510 y 5.674.971, que describen la preparación de resinas de urea-formaldehído que contienen ureas cíclicas.
20

Como anteriormente, se prefiere producir un concentrado líquido de la resina de urea-formaldehído que tiene un contenido de sólidos de más de 80% en peso y especialmente más de 90% en peso, medidos como los sólidos residuales después de calentar a 105°C. Tales resinas de urea-formaldehído concentradas se pueden preparar usando materias primas concentradas o destilando una solución acuosa de resina elaborada con una concentración de sólidos inferior, habitualmente bajo vacío.
25

Según se apunta anteriormente, una solución de los reaccionantes urea, formaldehído y amoníaco se calienta hasta de aproximadamente 80°C a aproximadamente 95°C, preferiblemente hasta de aproximadamente 85°C a aproximadamente 90°C, y se mantiene durante al menos aproximadamente 45 minutos, preferiblemente de aproximadamente 45 minutos a aproximadamente 120 minutos, más preferiblemente de aproximadamente 60 a aproximadamente 75 minutos, para asegurar la formación de triazona y para completar la reacción del formaldehído. El pH de la solución es al menos 7, preferiblemente de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 10,5, y más preferiblemente de aproximadamente 8,5 a aproximadamente 9,5.
30

El otro componente de la composición de fertilizante líquido de la presente invención es una solución acuosa de una fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en urea, nitrato amónico (AN) y una solución acuosa de urea-nitrato amónico (UAN). Soluciones de urea que contienen urea en una cantidad de aproximadamente 20 a 50% en peso de urea están disponibles comercialmente y se elaboran fácilmente disolviendo una fuente sólida de urea, tal como urea granulada, en agua. Soluciones de AN que contienen 21% de nitrógeno y soluciones de UAN que contienen 28%, 30% y 32% de nitrógeno también están disponibles comercialmente, y se pueden obtener otras concentraciones y formulaciones personalizadas. La presente invención no se limita a ninguna fuente o concentración particular de soluciones de urea, AN y/o UAN. Una solución de UAN se prepara generalmente a partir de 50% en peso de nitrato amónico y 50% en peso de urea. Se puede usar un procedimiento de tipo tanto continuo como discontinuo para elaborar soluciones de urea, AN y UAN. En tales procedimientos, especialmente en el caso de las soluciones de UAN, soluciones concentradas de urea y nitrato amónico se miden, se mezclan y se enfrían.
35

45 Para elaborar la composición líquida de fertilizante nitrogenado de la presente invención, solamente es necesario preparar una combinación de una solución acuosa de resina de urea-formaldehído y la fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada de una solución acuosa de urea, una solución acuosa de nitrato amónico (AN) o una solución acuosa de urea-nitrato amónico (UAN) sin mezcladura a fondo. En el caso de la urea en particular, puede ser adecuado simplemente disolver una fuente sólida de urea en una solución acuosa de resina de urea-formaldehído para efectuar la combinación de las soluciones acuosas requerida. No se necesita un equipo de mezcladura especializado. En algunas circunstancias, el calentamiento puede ser aconsejable o necesario para ayudar a la disolución completa inicial de los materiales combinados.
50

Según la presente invención, la solución acuosa de resina de urea-formaldehído (UF) y la fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en una solución acuosa de urea (U), una solución acuosa de nitrato amónico (AN) o una solución acuosa de urea-nitrato amónico (UAN) se mezclan en una relación en peso (UF:U; UF:AN o UF:UAN) de 90:10 a 10:90, a menudo en el intervalo de 80:20 a 20:80, más a menudo en el intervalo de 75:25 a 25:75 y lo más a menudo en el intervalo de 30:70 a 70:30, dependiendo habitualmente de la relación deseada de nitrógeno de liberación rápida y liberación controlada deseada en la formulación de fertilizante líquido final. En el caso de combinaciones de AN o UAN y resinas de urea-formaldehído concentradas de alto
55

contenido de urea cíclica (y preferiblemente de bajo contenido de urea libre), la solución acuosa de resina de urea-formaldehído y la solución acuosa de nitrato amónico (AN) o la solución acuosa de urea-nitrato amónico (UAN) preferiblemente se mezclan en una relación en peso (UF:AN o UF:UAN) de 30:70 a 50:50 y se puede obtener un perfil de nitrógeno de liberación prolongada deseable.

5 Como se apunta anteriormente, usando una resina de urea-formaldehído de un alto contenido de urea cíclica y especialmente una que tenga un bajo contenido de urea, preferiblemente una resina de urea-formaldehído que tenga un contenido de urea cíclica por encima de 60% (y que tenga un contenido de urea de menos de 10% y especialmente menos de 5%) se puede obtener una combinación acuosa de nitrato amónico (o urea-nitrato amónico) y resina de urea-formaldehído que tenga un perfil de liberación de nitrógeno prolongada muy deseable.

10 Una resina de urea-formaldehído concentrada puede exhibir típicamente un contenido de nitrógeno de aproximadamente 25%, de modo que una combinación con una solución de UAN (32% de nitrógeno) en una relación de mezclado de resina de urea-formaldehído a solución de UAN de 30:70 producirá una solución de fertilizante de aproximadamente 30% de nitrógeno

15 También se puede incluir una pequeña cantidad de otros aditivos en las composiciones de fertilizante líquido de la presente invención. Por ejemplo, en aplicaciones específicas, un herbicida, ciertos micronutrientes, un agente colorante o tinte y otros aditivos de fertilizantes conocidos se pueden añadir con seguridad a la composición sin degradar significativamente la estabilidad térmica de la composición fertilizante.

20 La composición de fertilizante líquido de la presente invención se elabora con altas concentraciones de sólidos, es decir, con un contenido de sólidos de al menos 70% en peso y un contenido de sólidos de al menos 80% en peso y así tiene un alto contenido de nitrógeno. La composición de fertilizante líquido de la presente invención también tiene un intervalo de temperatura más amplio a lo largo del cual permanece fluida sin precipitación de sólidos apreciable y así se puede aplicar a plantas, incluyendo gramíneas, del mismo modo que cualquiera de las soluciones líquidas de fertilizante de urea, AN y UAN convencionales.

Ejemplos

25 Ejemplo 1 (Repetido del Ejemplo 2 del documento U.S. 6.632.262)

Los siguientes ingredientes se combinaron añadiéndolos en el siguiente orden: UFC, primera adición de hidróxido amónico, primera adición de urea, segunda adición de hidróxido amónico y segunda adición de urea. La combinación se calentó hasta de 85°C a 90 °C y se mantuvo durante 60 minutos. El pH se verificó cada 15 minutos y se ajustó según fuera necesario para mantener un pH entre 8,6 y 10 usando sosa cáustica al 25%.

30

Ingrediente	Concentración	% en peso
UFC,85%	85	37,9
Hidróxido amónico	28	0,5
Urea, granulada	100	28,4
Hidróxido amónico	8	15,4
Urea, granulada	100	18,3
Sosa cáustica	25	para ajustar el pH
Ácido fórmico	23	para ajustar el pH
Agua		para ajustar el % de N

45

A continuación, la combinación se enfrió hasta 25°C y se analizó el % de nitrógeno y el % de urea libre (mediante ¹³C-NMR).

Resultados: el % de nitrógeno era 29,9; el pH era 10,1%; el % de urea libre era 50% que corresponde a <50% de liberación rápida. Las combinaciones exhibían una estabilidad excelente.

50 La concentración de nitrógeno (y la concentración de sólidos) se puede incrementar mediante destilación a vacío del producto de fertilizante líquido de resina de urea-formaldehído resultante.

Ejemplo 2 (Repetido del Ejemplo 1 del documento U.S. 6.114.491) (el Ejemplo 2b) es un ejemplo de referencia)

Preparación de resinas de urea-formaldehído de alto contenido de urea cíclica

55 a) Se preparó una resina de urea-formaldehído que contenía urea cíclica en una relación molar de 2,0:1,0:0,5, formaldehído:urea:amoníaco (F:U:A), cargando un recipiente de reacción con formaldehído, amoníaco y urea mientras se mantenía la temperatura por debajo de aproximadamente 65°C. Una vez que todos los reaccionantes estaban en el recipiente de reacción, la solución resultante se calentó hasta aproximadamente 90°C, durante

aproximadamente 1 hora hasta que la reacción fuera completa. Una vez que la reacción era completa, la solución se enfrió hasta temperatura ambiente. C^{13} -NMR indicaba que aproximadamente 42,1% de la urea estaba contenida en la estructura del anillo de triazona, 28,5% de la urea estaba di/trisustituida, 24,5% de la urea estaba monosustituida y 4,9% de la urea era libre.

5 b) Se preparó una segunda resina de urea-formaldehído que contenía urea cíclica del mismo modo que en a) excepto que se usó la relación molar de 1,2:1,0:0,5 (F:U:A). C^{13} -NMR indicaba que aproximadamente 25,7% de la urea estaba contenida en la estructura del anillo de triazona, 7,2% de la urea estaba di/trisustituida, 31,9% de la urea estaba monosustituida y 35,2% de la urea era libre. (Ejemplo de referencia)

10 c) Se preparó una tercera resina de urea-formaldehído que contenía urea cíclica del mismo modo que en a) excepto por la relación molar (F:U:A) de 3:1:1 y se calentó hasta aproximadamente 90°C durante 1 hora y a continuación 100°C durante 2 horas. C^{13} -NMR indicaba que aproximadamente 76,0% de la urea estaba contenida en la estructura del anillo de triazona, 15,3% de la urea estaba di/trisustituida, 8,1% de la urea estaba monosustituida y 0,6% de la urea era libre.

15 d) Se preparó una cuarta resina de urea-formaldehído que contenía urea cíclica del mismo modo que en a) excepto por la relación molar (F:U:A) de 4:1:1 y se calentó hasta aproximadamente 90°C durante 3 horas y el pH se controló alrededor de 7,5. C^{13} -NMR indicaba que aproximadamente 79,2% de la urea estaba contenida en la estructura del anillo de triazona, 17,7% de la urea estaba di/trisustituida, 1,6% de la urea estaba monosustituida y 1,5% de la urea era libre.

Ejemplo 3

20 Soluciones de resina de urea-formaldehído preparadas sustancialmente según el procedimiento del Ejemplo 1 se procesaron (usando destilación a vacío) hasta un contenido de sólidos de aproximadamente 80% en peso y 92% en peso, respectivamente. Estas soluciones acuosas de resina de urea-formaldehído se identifican en la siguiente Tabla como UF-1 y UF-2, respectivamente. Se prepararon mezclas de soluciones de resina de urea-formaldehído y una solución de AN de 21% en peso de nitrógeno disponible comercialmente y una solución de UAN de 32% en peso de nitrógeno disponible comercialmente en diversas relaciones en peso según se muestra en la siguiente Tabla. El contenido de sólidos total de las diversas formulaciones acuosas, medido como los sólidos residuales después de calentar a 105°C, y el contenido de nitrógeno (% en peso) de las formulaciones acuosas también se presentan en la Tabla. Los puntos de congelación y las temperaturas de precipitación salina para las diversas soluciones fueron medidos por the Galbraith Laboratories, Knoxville, TN y también se presentan en la siguiente Tabla.

30 Todas las combinaciones abarcadas por la presente invención almacenadas a una temperatura de 23-25°C han permanecido libres de sólidos durante 180 días.

35

40

45

50

55

60

65

Tabla

MUESTRA	% de Sólidos	% N	Punto de Congelación °C	Temp. de Precipitación salina °C
UF-1	80,7	34,6	-	-
UF-2	92,1	39,7	-	-
UAN	80,9	31,9	-	0
50% UAN/50% UF-1	78,8	33,2	<-19,7	Sin formación de cristales clara
50% UAN/50% UF-2	84,4	35,7	<-20	Sin formación de cristales clara
70% UAN/30% UF-1	78,8	33,0	<-19,9	-3,1
70% UAN/30% UF-2	82,1	34,2	<-20	-6,6
AN	65,4	21,6	-	6
50% AN/50% UF-1	72,7	29,1	<-20	Sin formación de cristales clara
50% AN/50% UF-2	77,8	31,2	<-20	-10,3
70% AN/30% UF-1	69,5	26,8	<-20	-3,5
70% AN/30% UF-2	72,6	28,4	<-20	-0,7

La notación "sin formación de cristales clara" indica que la solución permanecía transparente y que no había una formación de sólidos visible antes de que la solución alcanzara su punto de congelación.

Los datos de la Tabla muestran que la adición de la solución de urea-formaldehído (UF-1 y UF-2) a las soluciones de AN y/o UAN reducía las temperaturas de precipitación salina de las soluciones tanto de AN como de UAN. Por otra parte, debido al contenido de nitrógeno superior de las soluciones de urea-formaldehído, era posible alcanzar contenidos de nitrógeno en las combinaciones por encima de 32% en peso, el contenido de nitrógeno máximo de las soluciones de UAN.

Ejemplo 4

Una solución acuosa de resina de urea-formaldehído preparada sustancialmente según el procedimiento del Ejemplo 2a) se procesó (usando destilación a vacío) hasta un contenido de sólidos de aproximadamente 70% en peso. Esta solución acuosa de resina de urea-formaldehído se identifica en la siguiente Tabla como UFP. Se prepararon mezclas de la solución de resina de urea-formaldehído y una solución de UAN con 32% de nitrógeno disponible comercialmente (80% en peso de sólidos) con diversas relaciones en peso según se muestra en la siguiente Tabla. Los puntos de congelación y las temperaturas de precipitación salina para las diversas soluciones fueron medidas por the Galbraith Laboratories, Knoxville, TN y también se presentan en la siguiente Tabla. Para las soluciones de UAN, se produce precipitación salina en menos de 48 horas a -16°C (3°F); mientras que la mezcla 70% UAN-32/30% UFP ha permanecido libre de sólidos durante más de 120 días a -16°C (3°F).

Tabla

MUESTRA	% de Sólidos	% N	Punto de Congelación °C	Temp. de Precipitación salina °C
UFP	70	25	-40	<-40
UAN-28	70	28	-	-10
UAN32	80	32	-	0
50% UAN32/50% UFP	75	29	-37	-27
70% UAN32/30% UFP	77	30	-40	-31

Los datos de la Tabla muestran que la adición de la solución de urea-formaldehído (UFP) a una solución de UAN reducía la temperatura de precipitación salina.

Ejemplo 5

5 Se compararon composiciones de la presente invención frente a otras fuentes de fertilizante nitrogenado disponibles que incluyen urea, ESN (un producto granular de liberación lenta disponible de Agrium), solución de UAN y Nitamin®
 10 30L (un producto de fertilizante líquido nitrogenado de liberación prolongada disponible de Georgia-Pacific). Fueron efectuadas pruebas de incubación de fertilizantes por the International Fertilizer Development Center y los resultados de su prueba se presentan posteriormente. En particular, se presentan en la Tabla posterior las concentraciones a las seis semana de amonio y nitrato. Como se entiende por los expertos en la técnica, cuanto más tiempo esté el
 15 fertilizante en la forma amónica, más prolongado es el perfil de liberación de nitrógeno. Adicionalmente, se desea la conversión final en la forma de nitrato ya que, una vez en forma de nitrato, el nitrógeno es más fácilmente asimilado directamente por las plantas. Como se muestra en la tabla posterior, las combinaciones de la presente invención tienen perfiles de liberación especialmente deseables similares a Nitamin® 30L (documento U.S. 6.632.262). Por comparación, también se probó la resina de urea-formaldehído de alto contenido de urea cíclica usada al preparar las mezclas de UF/UAN de la presente invención y se presenta en la tabla como el polímero de urea-formaldehído (UFP).

Tabla

Producto	Concentración de Amonio a las Seis Semanas	Concentración de Nitrato a las Seis Semanas
Urea	2	80
ESN	4	84
UAN	10	94
Nitamin®	33	55
30% UF concentrado:70% UAN	32	66
50% UF concentrado:50% UAN	44	50
UFP	60	23

Reivindicaciones

- 5 1. Una composición acuosa de fertilizante nitrogenado que comprende una mezcla de una resina de urea-formaldehído y una fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en urea, nitrato amónico y una mezcla de urea y nitrato amónico que tiene una concentración de sólidos de al menos 70% en peso; en donde la resina de urea-formaldehído tiene un contenido de urea cíclica, basado en 100% de sólidos de la resina, de más de 40% en peso y un contenido de urea libre de menos de 10% en peso; en donde la resina de urea-formaldehído se prepara haciendo reaccionar urea, formaldehído y amoníaco en una relación molar de formaldehído/urea/amoníaco de 1-4/1/0,5-1 en agua bajo una condición de reacción alcalina.
- 10 2. La composición acuosa de fertilizante nitrogenado según la reivindicación 1, en la que la resina de urea-formaldehído se prepara haciendo reaccionar una solución de urea, formaldehído y amoníaco a una temperatura de 80°C a 95°C y un pH de 7,5 a 10,5 durante de 45 a 120 minutos.
- 15 3. La composición acuosa de fertilizante nitrogenado según la reivindicación 1, preparada combinando una solución acuosa de urea-nitrato amónico que tiene un contenido de nitrógeno de 28 a 32% en peso con una solución acuosa de una resina de urea-formaldehído.
- 20 4. La composición acuosa de fertilizante nitrogenado según la reivindicación 1, en la que una solución acuosa de resina de urea-formaldehído (UF) se mezcla con una fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en una solución acuosa de urea (U), una solución acuosa de nitrato amónico (AN) y una solución acuosa de urea-nitrato amónico (UAN) en una relación en peso (UF:U, UF:AN o UF:UAN) de 90:10 a 10:90.
- 25 5. La composición acuosa de fertilizante nitrogenado según la reivindicación 1, en la que una solución acuosa de resina de urea-formaldehído (UF) se mezcla con una fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en una solución acuosa de urea (U), una solución acuosa de nitrato amónico (AN) y una solución acuosa de urea-nitrato amónico (UAN) en una relación en peso (UF:U, UF:AN o UF:UAN) de 70:30 a 30:70.
- 30 6. La composición acuosa de fertilizante nitrogenado según la reivindicación 1, en la que una solución acuosa de resina de urea-formaldehído (UF) se mezcla con una fuente de fertilizante nitrogenado seleccionada del grupo que consiste en una solución acuosa de urea (U), una solución acuosa de nitrato amónico (AN) y una solución acuosa de urea-nitrato amónico (UAN) en una relación en peso (UF:U, UF:AN o UF:UAN) de 30:70 a 50:50.
- 35 7. Una composición acuosa de fertilizante nitrogenado según la reivindicación 1 o 5, que tiene una concentración de sólidos de al menos 80% en peso.
- 40 8. Un método de fertilización que comprende aplicar a una planta la composición acuosa de fertilizante según la reivindicación 1, 3 o 5.
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65