

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 709 760**

51 Int. Cl.:

**C05C 9/02**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.05.2015** **E 15001363 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.01.2019** **EP 3090993**

54 Título: **Proceso para la preparación de fertilizante de nitrógeno**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**17.04.2019**

73 Titular/es:

**ADVACHEM SA (100.0%)**  
**Route N°624 de Wallonie Darse d'Hautrage**  
**7334 Hautrage, BE**

72 Inventor/es:

**FRANCIS, GEORGES**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

**ES 2 709 760 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

Proceso para la preparación de fertilizante de nitrógeno

- 5 La invención se refiere a un proceso para la preparación en un reactor discontinuo de al menos una tonelada de un fertilizante de nitrógeno líquido con un contenido en peso de nitrógeno del 20 al 32 %.

En el pasado se han propuesto diversos procesos para la fabricación de un fertilizante de nitrógeno líquido.

- 10 Por ejemplo, el documento WO 02/16458 desvela un proceso para la preparación de un fertilizante de nitrógeno líquido que comprende las etapas de:

- 1) combinar formaldehído, urea y amoníaco en una solución básica, con una relación molar de formaldehído/urea/amoníaco de aproximadamente 0,6-1 / 1,0 / 0,25 - 0,35;
- 15 2) calentar la solución a aproximadamente 80 °C a aproximadamente 95 °C y mantenerla mientras que se mantiene el pH de al menos 7 durante al menos 45 minutos; y
- 3) enfriar la solución a menos de aproximadamente 50 °C y ajustar el pH a aproximadamente 9,5 a aproximadamente 10,5.

- 20 Tal proceso se lleva a cabo en lotes. Se ha observado que la etapa de combinación de formaldehído, urea y amoníaco era bastante importante para conseguir un fertilizante transparente estable que tuviera unas características de liberación de nitrógeno controlables específicas, así como unas características de liberación de nitrógeno rápidas.

- 25 Dicho documento no dice nada sobre la importancia de la etapa de combinación de formaldehído, urea y amoníaco.

- El documento EP1254878 reivindica un proceso para la preparación de un fertilizante de nitrógeno altamente estable líquido transparente que comprende como el documento WO 02/16458 una etapa de combinar formaldehído, urea y amoníaco; una etapa de calentamiento a una temperatura de 70 °C a 110 °C durante de 10 a 30 minutos y una etapa de enfriamiento por debajo de la temperatura de calentamiento. Tal como se ha indicado en un procedimiento italiano, el proceso de acuerdo con el documento EP1254878 es un proceso con una única etapa de reacción de 70 °C - 110 °C durante de 10 a 30 minutos. Este proceso tiene, de este modo, como objetivo limitar el tiempo de reacción total a una temperatura por encima de 70 °C para asegurar que la composición tiene un alto nivel de urea sin reaccionar o libre de urea. Dicho proceso cuando se lleva a cabo, por ejemplo, en lotes de una o más toneladas proporciona una composición fertilizante que es inestable y/o que no es transparente y/o que tiene propiedades de liberación de nitrógeno variables. Dicho documento no dice nada sobre la importancia de la etapa de combinación de formaldehído, urea y amoníaco.

- Al contrario del proceso de una única etapa del documento EP1254878, el proceso de la invención es un proceso de dos etapas, a saber, un proceso que comprende una primera etapa de reacción controlada durante la adición controlada de amoníaco a la solución de urea - formaldehído y una segunda etapa de reacción después del final de la adición de todo el amoníaco. El documento US2004/168493A1 desvela un método de preparación de una solución de nutrientes vegetales de urea-formaldehído donde agua, urea, formalina y un material alcalino (KOH) se mezclan a un pH superior a 7, la mezcla se calienta a una temperatura de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 55 °C hasta que toda la urea se disuelve, se añade amoníaco durante el calentamiento durante un período de 30-45 minutos y las mezclas se calienta a una temperatura de al menos aproximadamente 90 °C durante aproximadamente 60-70 minutos. La relación de aldehído-urea es de 0,8-2:1 y la relación de urea:amoníaco es de aproximadamente 2-3:1. El producto resultante se enfría.

- 50 Se ha observado que usando un proceso de la invención que tiene una o más características desveladas en la presente memoria descriptiva, fue posible preparar un fertilizante de nitrógeno estable transparente líquido que tenía propiedades de liberación de nitrógeno muy fiables para cada lote e, incluso, si la UFC usada tenía alguna variación de la relación molar de urea/formaldehído o alguna variación en sus propiedades. El proceso de la invención permite producir un fertilizante rico en nitrógeno de metileno-urea condensado o polimerizado, tal como rico en triazona. Por ejemplo, más del 50 % en peso (tal como del 55 % al 70 o 75 % en peso) del nitrógeno está presente en la composición como nitrógeno de metileno-urea, mientras que se mantiene estable aproximadamente del 30 al 45 % en peso del nitrógeno como nitrógeno ureico.

- 60 También se ha descubierto que la presencia de algún anión de cloro y/o catión de  $\text{NH}_4^+$  en el medio de reacción parece ser favorable para controlar la reacción, mientras que aumenta la estabilidad de la composición a baja temperatura y mientras que no daña las propiedades del fertilizante.

- El proceso de la invención es, por lo tanto, un proceso para la preparación en un reactor discontinuo de al menos 10 toneladas de un fertilizante de nitrógeno líquido con un contenido en peso de nitrógeno del 20 al 32 %, en el que se hace reaccionar formaldehído, urea y amoníaco juntos en forma líquida, comprendiendo dicho proceso al menos la etapa de añadir progresivamente durante al menos 15 minutos una solución acuosa de amoníaco (con un contenido

de amoníaco del 20 al 32 % en peso) a una solución de formaldehído-urea para controlar el aumento progresivo de la temperatura del medio de reacción hasta 80 - 95 °C.

El proceso de la invención es más específicamente un proceso para la preparación en un reactor discontinuo de al menos una tonelada, ventajosamente al menos 5 toneladas, preferentemente al menos 10 toneladas de un fertilizante de nitrógeno líquido con un contenido en peso de nitrógeno del 20 al 32 %, comprendiendo dicho proceso al menos las siguientes etapas operadas a presión atmosférica:

Etapa A: Se prepara una solución de urea - formaldehído acuosa en un reactor discontinuo mezclando juntos al menos los compuestos seleccionados entre el grupo que consiste en agua, formaldehído, urea, UFC y mezclas de los mismos y al menos una base, teniendo la solución de urea - formaldehído acuosa preparada de este modo una relación molar de urea / formaldehído comprendida entre 1,05 y 1,45, ventajosamente entre 1,2 y 1,4;

Etapa B: Se añade una solución de amoníaco acuoso con un contenido de amoníaco del 20 al 32 % en peso a la solución de urea-formaldehído acuosa preparada en la Etapa A en el reactor discontinuo, añadiéndose posiblemente alguna base para controlar el pH;

Etapa C: La solución preparada en la Etapa B se calienta y mantiene a una temperatura comprendida entre 80-100 °C durante al menos 30 minutos, pero ventajosamente menos de 75 minutos, mientras que se controla el pH entre 8 y 10,5 añadiendo una base, la cantidad de solución de amoníaco añadida es tal que la relación molar de NH<sub>3</sub>/urea está comprendida entre 0,2 y 0,4, ventajosamente entre 0,25 y 0,30;

Etapa D: La solución preparada en la Etapa C se enfría a una temperatura inferior a 40 °C dentro o fuera del reactor discontinuo; caracterizándose dicho proceso adicionalmente por que:

- La solución preparada en la Etapa A se calienta a una temperatura de 55 a 65 °C durante al menos 5 minutos;
- Cuando la temperatura de la solución preparada en la etapa A se encuentra aún por encima de al menos 40 °C, se inicia la Etapa B añadiendo solución de amoníaco acuoso progresivamente durante un período de al menos 15 minutos, para controlar el aumento progresivo de la temperatura de la solución hasta 80 - 95 °C (esto resulta ventajoso puesto que permite un mejor control del carácter básico del medio de reacción, con o sin añadir base adicional, tal como NaOH o con la adición de una cantidad limitada de base, tal como NaOH);
- Cuando la temperatura de la solución preparada en la Etapa B se encuentra aún por encima de al menos 75 °C, se inicia la Etapa C.

El proceso de la invención es, de este modo, un proceso en el que la adición de la solución de amoníaco a la solución que comprende urea y formaldehído, posiblemente, en forma de un condensado, está bien controlado para evitar lo máximo posible la formación de compuestos de polimerización con alto peso molecular, lo que significa la preparación de un producto de reacción de urea/formaldehído/amoníaco que tiene un perfil más preciso con menos compuestos polimerizados condensados altos y con menos compuestos polimerizados o condensados bajos. Cuando se añade una gran cantidad de amoníaco en la composición de urea/formaldehído se ha observado una reacción exotérmica. En el proceso de la invención dicha reacción exotérmica se controla para que sea baja o, incluso, muy baja o muy bien controlada. La adición bien controlada de amoníaco o solución de amoníaco a la mezcla de reacción (mientras que reacciona) permite una reacción más segura y adecuada, evitando, por ejemplo, el sobrecalentamiento local de las zonas de reacción.

De acuerdo con la invención, en la Etapa B, el aumento progresivo de la temperatura en la solución es tal que el aumento de temperatura sigue sustancialmente un patrón de aumento de calentamiento lineal con un margen de error comprendido entre -2 °C y +2 °C.

Preferentemente, la Etapa B se lleva a cabo durante un tiempo de al menos 25 minutos, ventajosamente al menos 35 minutos, tal como de 35 minutos a 75 minutos, especialmente de 40 a 55 minutos.

Los detalles y características de realizaciones preferentes de la invención son una o más de las siguientes, especialmente una combinación de más de las siguientes:

- La Etapa B tiene una temperatura final comprendida entre 80 - 85 °C.
- La Etapa C se lleva a cabo durante un tiempo de al menos 45 minutos.
- La Etapa B se inicia después de que la urea se haya disuelto completamente en la Etapa A.
- durante la Etapa B, el pH de la solución se controla añadiendo una base para asegurar un pH entre 8 y 10,5, ventajosamente entre 8,5 y 9,5.
- el calentamiento en la Etapa B se controla de modo que el aumento de temperatura es inferior de 2 °C/minutos, ventajosamente inferior a 1,5 °C por minuto.
- el calentamiento en la Etapa B se controla de modo que el aumento de temperatura es inferior a 1,2 °C/minuto, ventajosamente igual o inferior a 1,0 °C por minuto.
- en la etapa D, el pH del fertilizante líquido se controla a 8 - 10,5, ventajosamente a 9,8 - 10,2 añadiendo una base.
- en la etapa D, la temperatura del fertilizante líquido se reduce de 80-90 °C a 40 °C a una tasa promedio de más

de 1 °C/minuto.

– La Etapa A se lleva a cabo del siguiente modo:

- 5 - se mezcla agua, UFC y base juntos y se calienta a una temperatura comprendida entre 55 y 65 °C, con la posible adición adicional de una base para asegurar un pH entre 8 y 10,
- a la mezcla de agua, UFC, base a una temperatura de al menos 50°C, se añade y mezcla urea, calentándose dicha mezcla hasta una temperatura de 50 - 60 °C y manteniéndose a una temperatura de 50-60 °C durante al menos 10 minutos, manteniéndose el pH de dicha mezcla a un pH de entre 8 y 10, ventajosamente entre 8,5 y 9, añadiendo, si se requiere, alguna base.
- 10 - se usa al menos una base seleccionada entre el grupo que consiste en hidróxido sódico, trietanolamina y mezclas de los mismos como base en una o más etapas del proceso, ventajosamente, en todas las etapas del proceso.
- en la etapa C, se añaden una base a la solución sustancialmente durante toda la etapa C, ventajosamente, a una tasa sustancialmente constante.
- 15 - en la etapa C, se añade una base en forma de una composición acuosa que contiene ventajosamente al menos un 70 % en peso de agua, a la solución, precalentándose dicha composición acuosa de base antes de añadirse a la solución, ventajosamente, a una temperatura superior a 60°C, preferentemente de 70 al 90°C.
- al menos la etapa B y la etapa C se llevan a cabo en presencia de anión de cloro (Cl<sup>-</sup>), ventajosamente, en forma de Na<sup>+</sup> Cl<sup>-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> Cl<sup>-</sup> y mezclas de los mismos. Parece que el anión de cloro (posiblemente con algún(os) catión(es) de Na<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) tiene alguna acción que asegura una reacción más controlable cuando se añade amoníaco, así como durante la Etapa C.
- al menos la etapa B y la etapa C se llevan a cabo en presencia de anión de cloro (Cl<sup>-</sup>), el anón de Cl<sup>-</sup> total, estando comprendido entre 0,1 y 100 mg, ventajosamente, entre 1 y 20 mg por kg de la composición en la etapa B y etapa C, respectivamente.
- 20 - al menos en la etapa B y en la etapa C se llevan a cabo en presencia de anión de cloro Cl<sup>-</sup>, estando comprendida la relación de anión de cloro Cl<sup>-</sup> / moles de urea entre 0,00001 y 0,01, ventajosamente entre 0,00005 y 0,0001.
- las etapas B y C se llevan a cabo con agitación, ventajosamente, una agitación enérgica. Ventajosamente, la agitación está adaptada para asegurar un flujo turbulento de la solución presente en el reactor discontinuo, al menos para la etapa B y/o para la etapa C. Por ejemplo, el número de Reynolds del impulsor es de por encima de 2.000, ventajosamente, por encima de 5.000.
- 25
- 30

Los detalles de realizaciones específicas de la invención se desvelarán a continuación a modo de ejemplo, así como haciendo referencia a los ejemplos comparativos.

35

Los ejemplos de la invención se proporcionan a continuación como ejemplos solo de realizaciones preferentes.

En dicha descripción se hace referencia las figuras adjuntas 1, 2 y 3 que muestran respectivamente una curva de HPLC de un fertilizante de nitrógeno preparado mediante un proceso de la invención y dos curvas de HPLC de un fertilizante de nitrógeno preparado mediante dos procesos que no son de la invención.

40

En dicho ejemplo, se han usado las siguientes materias primas:

45 Agua: agua con una dureza media (contenido de CaCO<sub>3</sub> de 70 a 100 mg/l) y con un contenido de NaCl de 57 - 114 mg/l (contenido de cloro de 35 - 70 mg/l).

50 UFC: UFC 80 con un contenido sólido de aproximadamente el 80 % (precondensado de urea - formaldehído que contiene aproximadamente un 23,5 % en peso de urea y aproximadamente un 56,5 % en peso de formaldehído, que se corresponde con una relación molar de urea / formaldehído de aproximadamente 4,8. El pH del precondensado acuoso es de aproximadamente 7,5 a 25 °C. La densidad del condensado es de aproximadamente 1,3/cm<sup>3</sup>.

55 TEA: trietanolamina en forma de una solución acuosa (42,5% en peso de trietanolamina y un 57,5 % en peso de agua).

Amoníaco acuoso: solución que comprende un 24,5 % en peso de NH<sub>3</sub> y 75,5 en peso de agua. La densidad de la solución de amoníaco es de aproximadamente 0,91 kg/l (a 20 °C)

60 Urea: en forma de comprimidos o gránulos con un tamaño de partículas promedio en peso de aproximadamente 5 - 10 mm.

Solución de NaOH: en forma de una solución acuosa que comprende un 20% en peso de NaOH y un 80% en peso de agua.

65 Ejemplo (realización preferente de acuerdo con la invención)

En un reactor discontinuo con 60.000 proporcionado con un impulsor (impulsor de paletas) y con un envolvente calentamiento exterior, se mezcló una solución de 16.600 kg de UFC, 50 kg de TEA y 5 kg de NaOH. El pH de la mezcla era de aproximadamente 8-9 (pH medido a 20 °C).

5 La mezcla se calentó a 60 °C durante al menos 10 minutos.

A continuación se añadieron 20.025 kg de urea y se mezclaron progresivamente en la mezcla de UFC.

10 La mezcla de UFC + urea se calentó, a continuación, a 55-60 °C durante aproximadamente 40 minutos. Se añaden 5 kg de solución de NaOH adicionales. El pH de la mezcla al final de dicha etapa de calentamiento (medido a 55-60 °C) era de aproximadamente 8,5 - 9. La mezcla era una solución clara.

15 La solución de amoníaco se añadió lentamente, a continuación, para aumentar la temperatura sustancialmente linealmente desde 55 °C hasta 90-95 °C en 55 - 60 minutos. La cantidad de amoníaco añadida se controló de modo que el calor liberado por la reacción exotérmica se controló para que tuviera el control del aumento de temperatura. Durante dicha etapa de adición de amoníaco a la mezcla, no fue necesario o sustancialmente necesario calor externo. Durante dicha reacción exotérmica, el pH se controló de modo que el pH (medido en la temperatura del medio de reacción) está comprendido entre aproximadamente 8,5 y 9,5. Se requirieron algunos 5 kg de NaOH cuando la temperatura del medio de reacción fue de aproximadamente 85 °C.

20 De este modo, la primera etapa de reacción está bien controlada.

25 Para asegurar el final de la reacción del amoníaco, la mezcla de reacción se mantiene a una temperatura de 90-95 °C durante de 45 a 50 minutos. En esta etapa, puede requerirse algo de calor externo, dependiendo del calor aún liberado por la reacción exotérmica. Durante dicha etapa, el pH se controla para asegurar un pH (medido a 90-95 °C) comprendido entre aproximadamente 8,5 - 9,5. Se requirieron aproximadamente 15 kg de solución de NaOH.

30 La reacción entre el amoníaco y el UFC y urea está finalizada. El enfriamiento de la mezcla se controla para asegurar un enfriamiento progresivo. El enfriamiento es de aproximadamente de 20 a 30 °C por 10 minutos.

El tiempo total de reacción del amoníaco, UFC y urea a una temperatura por encima de 90 °C es de aproximadamente 60 minutos. (el tiempo de reacción total de amoníaco, UFC y urea a una temperatura por encima de 70 °C es de aproximadamente 105-110 minutos).

35 La composición cuando se enfría tenía un pH de aproximadamente 10 (medido a 25 °C), una viscosidad de aproximadamente 30-35 centipoise (medida a 25 °C, Brookfield), un índice de refracción de aproximadamente 1,4630 (medido a 25 °C, Refractómetro). El contenido de nitrógeno del fertilizante es de aproximadamente el 28,3 % en peso, aproximadamente el 40-42 % en peso del nitrógeno encontrándose en la forma de nitrógeno ureico, mientras que aproximadamente el 58-60 % en peso del nitrógeno se encuentra en la forma de nitrógeno derivado de metileno - urea (con una gran proporción de triazona).

La Figura 1 muestra el gráfico de HPLC del fertilizante de formaldehído del ejemplo, y

La Figura 2 el gráfico de HPLC de Sazolene (R) un fertilizante que tiene un contenido de nitrógeno del 28 %.

45 La comparación de los dos gráficos muestra claramente que las composiciones son distintas, el fertilizante del ejemplo que tiene un alto contenido de triazona y un alto contenido de nitrógeno como nitrógeno ureico. En el fertilizante del proceso de la invención, una gran (e incluso una muy grande) proporción del nitrógeno se encuentra en forma de triazona y urea.

50 La relación molar de formaldehído/urea(amoníaco de dicho ejemplo de la invención es de aproximadamente 0,8/1/0,34.

La siguiente tabla proporciona los diversos máximos del fertilizante del ejemplo de la invención (tiempo de detección, área, %, comentarios), así como para el fertilizante de Sazolene (R).

55

Fertilizante de la invención (ejemplo)				
número máximo	minuto (aproximadamente)	área (aproximadamente)	% de área del máximo con respecto a las áreas totales de los máximos	comentarios
1	3,6	50,8	1,1	
2	3,8	729,7	15,7	urea
3	4,0	207,1	4,5	
4	4,4	91,2	2,0	
5	4,6	19,8	0,4	

## ES 2 709 760 T3

Fertilizante de la invención (ejemplo)				
número máximo	minuto (aproximadamente)	área (aproximadamente)	% de área del máximo con respecto a las áreas totales de los máximos	comentarios
6	4,8	246,7	5,3	
7	5,0	21,8	0,5	
8	5,2	79,8	1,7	
9	5,5	1910,6	41,1	triazona
10	6,1	39,3	0,8	
11	6,3	249,9	5,4	
12	7,1	432,3	9,3	
13	7,5	75,9	1,6	
14	8,3	196,8	4,2	
15	8,9	137,4	3,0	
16	9,3	97,5	2,1	
17	10,2	63,6	1,4	
18	13,1	53,1	1,1	
Total		4653	100	

Fertilizante Sazolene				
número máximo	minuto (aproximadamente)	área (aproximadamente)	% de área del máximo con respecto a las áreas totales de los máximos	comentarios
1	2,1	743,3	30,9	
2	3,7	31,7	1,3	
3	3,9	320,8	13,3	urea
4	4,2	158,1	6,6	
5	4,5	25,9	1,1	
6	4,9	28,5	1,2	
7	5,1	231,6	9,6	
8	5,4	45,7	1,9	
9	5,5	72,2	3,0	
10	6,0	821,8	34,2	triazona
11	7,0	217,3	9,0	
12	7,9	116,2	4,8	
13	8,1	188,4	7,8	
14	8,6	33,8	1,4	
15	9,6	111,2	4,6	
Total		4653	100	

5 El proceso de la invención permite, de este modo, la preparación de una composición de fertilizante con de 50 hasta el 75 en peso de nitrógeno en forma de nitrógeno de metileno - urea condensado o polimerizado (especialmente esencialmente como triazona), mientras que el nitrógeno restante es esencialmente nitrógeno ureico.

10 En otro ejemplo de la invención similar al anterior, la relación molar de formaldehído/urea/amoníaco se ajustó para que fuera de aproximadamente 0,9/1/0,39 proporcionando, de este modo, un fertilizante con una cantidad más grande de triazona (liberación más lenta o liberación controlada) y menos nitrógeno como nitrógeno ureico (liberación rápida).

## REIVINDICACIONES

1. Proceso para la preparación en un reactor discontinuo de al menos una tonelada, ventajosamente al menos 5 toneladas, preferentemente al menos 10 toneladas de un fertilizante de nitrógeno líquido con un contenido en peso de nitrógeno del 20 al 32 %, comprendiendo dicho proceso al menos las siguientes etapas operadas a presión atmosférica:
- Etapa A:* Se prepara una solución de urea - formaldehído acuosa en un reactor discontinuo mezclando juntos al menos los compuestos seleccionados entre el grupo que consiste en agua, formaldehído, urea, UFC y mezclas de los mismos y al menos una base, teniendo la solución de urea - formaldehído acuosa preparada de este modo una relación molar de urea / formaldehído comprendida entre 1,05 y 1,45, ventajosamente entre 1,2 y 1,4;
- Etapa B:* Se añade una solución de amoníaco acuoso con un contenido de amoníaco del 20 al 32 % en peso a la solución de urea-formaldehído acuosa preparada en la Etapa A en el reactor discontinuo, añadiéndose posiblemente alguna base para controlar el pH;
- Etapa C:* La solución preparada en la Etapa B se calienta y mantiene a una temperatura comprendida entre 80-100 °C durante al menos 30 minutos, pero ventajosamente menos de 75 minutos, mientras que se controla el pH entre 8 y 10,5 añadiendo una base, la cantidad de solución de amoníaco añadida es tal que la relación molar de NH<sub>3</sub>/urea está comprendida entre 0,2 y 0,4, ventajosamente entre 0,25 y 0,30;
- Etapa D:* La solución preparada en la Etapa C se enfría a una temperatura inferior a 40 °C dentro o fuera del reactor discontinuo; **caracterizándose** dicho proceso adicionalmente **por que**:
- La solución preparada en la Etapa A se calienta a una temperatura de 55 a 65 °C durante al menos 5 minutos;
  - Cuando la temperatura de la solución preparada en la etapa A se encuentra aún por encima de al menos 40 °C, se inicia la Etapa B añadiendo solución de amoníaco acuoso progresivamente durante un período de al menos 15 minutos, para controlar el aumento progresivo de temperatura de la solución hasta 80 - 95 °C, mientras que se controla el pH por encima de 8 con o sin la adición de alguna base;
  - Cuando la temperatura de la solución preparada en la Etapa B se encuentra aún por encima de al menos 75 °C, se inicia la Etapa C, y
  - en la Etapa B, el aumento progresivo de la temperatura en la solución es tal que el aumento de temperatura sigue sustancialmente un patrón de aumento de calentamiento lineal con un margen de error comprendido entre -2 °C y +2 °C.
2. El proceso de la reivindicación 1, **caracterizado por que** la Etapa B se lleva a cabo durante un tiempo de al menos 25 minutos, ventajosamente al menos 35 minutos.
3. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado por que** la Etapa B tiene una temperatura final comprendida entre 80 - 85 °C.
4. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** la Etapa C se lleva a cabo durante un tiempo de al menos 45 minutos.
5. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la etapa C, se añaden una base a la solución sustancialmente durante toda la etapa C, ventajosamente, a una tasa sustancialmente constante.
6. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la etapa C, se añade una base en forma de una composición acuosa que contiene ventajosamente al menos un 70 % en peso de agua, a la solución, precalentándose dicha composición acuosa de base antes de añadirse a la solución, ventajosamente, a una temperatura superior a 60°C, preferentemente de 70 al 90°C.
7. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la Etapa B se inicia después de que la urea se haya disuelto completamente en la Etapa A.
8. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** durante la Etapa B, el pH de la solución se controla añadiendo una base para asegurar un pH entre 8 y 10,5, ventajosamente entre 8,5 y 9,5.
9. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el calentamiento en la Etapa B se controla de modo que el aumento de temperatura es inferior de 2 °C/minutos, ventajosamente inferior a 1,5 °C por minuto.
10. El proceso de la reivindicación anterior, **caracterizado por que** el calentamiento en la Etapa B se controla de modo que el aumento de temperatura es inferior de 2 °C/minutos, ventajosamente inferior a 1,5 °C por minuto.
11. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la etapa D, el pH del fertilizante líquido se controla a 8 - 10,5, ventajosamente a 9,8 - 10,2 añadiendo una base.

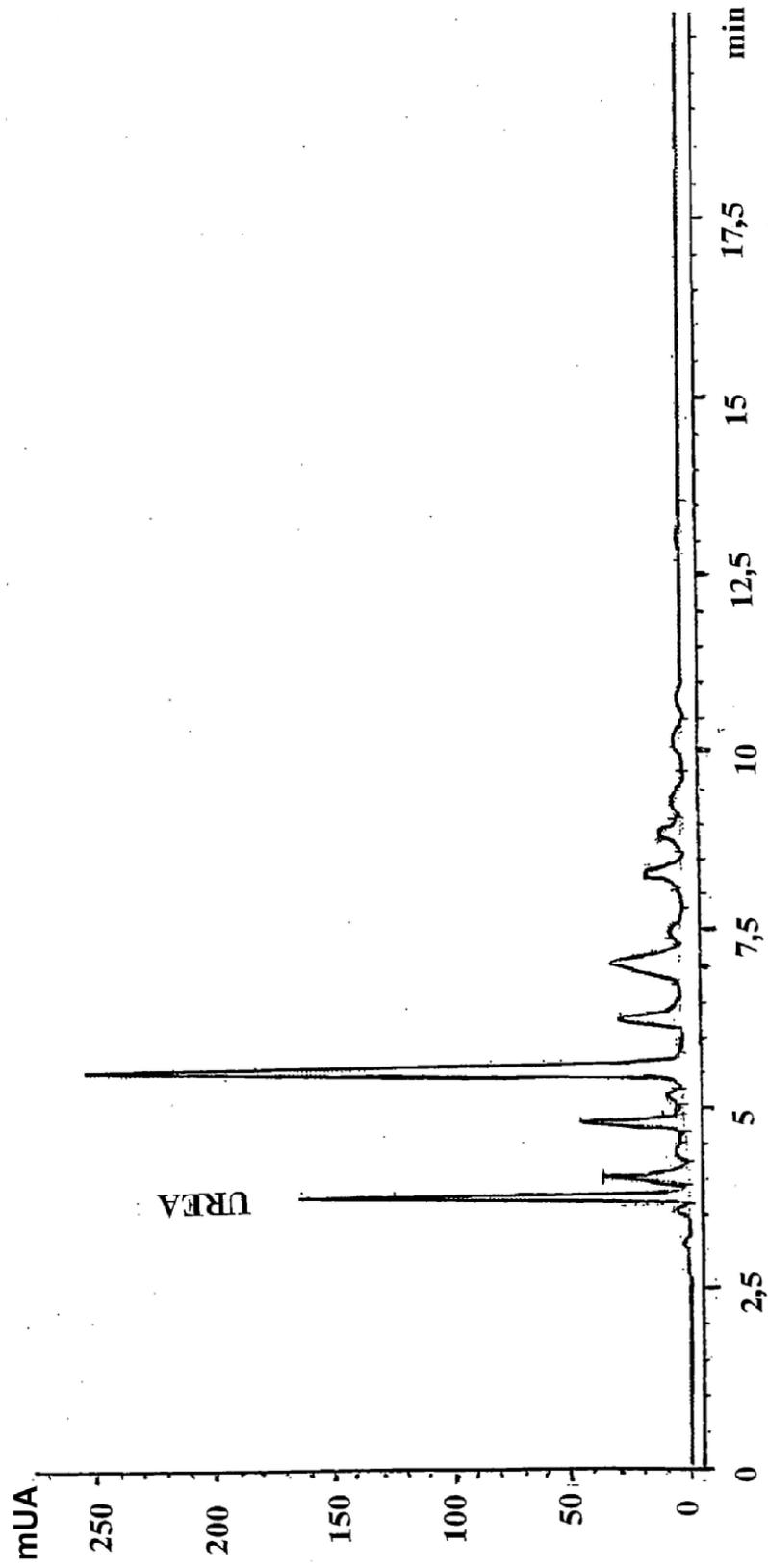
12. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la etapa D, la temperatura del fertilizante líquido se reduce de 80-90 °C a 40 °C a una tasa promedio de más de 1 °C/minuto.
- 5 13. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la Etapa A se lleva a cabo del siguiente modo:
- se mezcla agua, UFC y base juntos y se calienta a una temperatura comprendida entre 55 y 65 °C, con la posible adición adicional de una base para asegurar un pH entre 8 y 10,
- 10 - a la mezcla de agua, UFC, base a una temperatura de al menos 50°C, se añade y mezcla urea, calentándose dicha mezcla hasta una temperatura de 50 - 60 °C y manteniéndose a una temperatura de 50-60 °C durante al menos 10 minutos, manteniéndose el pH de dicha mezcla a un pH de entre 8 y 10, ventajosamente entre 8,5 y 9, añadiendo, si se requiere, alguna base.
- 15 14. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** se usa al menos una base seleccionada entre el grupo que consiste en hidróxido sódico, trietanolamina y mezclas de los mismos como base en una o más etapas del proceso, ventajosamente, en todas las etapas del proceso.
- 20 15. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** al menos la etapa B y la etapa B se llevan a cabo en presencia de anión de cloro (Cl<sup>-</sup>), ventajosamente, en forma de Na<sup>+</sup> Cl<sup>-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> Cl<sup>-</sup>, y mezclas de los mismos.
- 25 16. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** al menos la etapa B y la etapa C se llevan a cabo en presencia de anión de cloro (Cl<sup>-</sup>), estando comprendido el anión de Cl total entre 0,1 y 100 mg, ventajosamente, entre 1 y 20 mg por kg de la composición en la etapa B y etapa C, respectivamente.
- 30 17. El proceso de cualquiera una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** al menos la etapa B y la etapa C se llevan a cabo en presencia de anión de cloro Cl<sup>-</sup>, estando comprendida la relación de anión de cloro Cl<sup>-</sup> / moles de urea entre 0,00001 y 0,01, ventajosamente entre 0,00005 y 0,0001.

**Figura 1: Cromatograma de fertilizante de ejemplo de la invención**

Info. de método: UREA

Columna LUNA NH2 250x4,6

Fase móvil CH3CN:H2O 85:15



**Figura 2: Cromatograma de SAZOLENE 28N**

