

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 805 071**

51 Int. Cl.:

B01D 53/86 (2006.01)
B01D 53/94 (2006.01)
B01F 3/12 (2006.01)
C01C 1/08 (2006.01)
C05G 3/00 (2010.01)
C07C 273/02 (2006.01)
F01N 3/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.07.2017 PCT/EP2017/067657**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **18.01.2018 WO18011327**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2017 E 17752006 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.05.2020 EP 3484601**

54 Título: **Uso de una composición de urea para la preparación de fluido de escape diésel**

30 Prioridad:

15.07.2016 DE 102016213012

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.02.2021

73 Titular/es:

**THYSSENKRUPP FERTILIZER TECHNOLOGY
GMBH (50.0%)
Vosskuhle 38
44141 Dortmund, DE y
THYSSENKRUPP AG (50.0%)**

72 Inventor/es:

**KRAWCZYK, THOMAS y
POTTHOFF, MATTHIAS**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 805 071 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

Uso de una composición de urea para la preparación de fluido de escape diésel

5 La invención se refiere a procedimientos para la preparación de una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel) a partir de una composición en forma de partículas, que contiene urea, a su uso en vehículos diésel y a una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel) que puede obtenerse a través del procedimiento de acuerdo con la invención.

10 Para la preparación de composiciones en forma de partículas, que contienen urea se conocen distintos procedimientos en el estado de la técnica. En el pasado se prepararon partículas de urea habitualmente por medio de cristalización por pulverización, pulverizándose una masa fundida de urea esencialmente libre de agua (contenido en agua del 0,1 al 0,3 % en peso) desde la parte superior de una torre de cristalización por pulverización en un flujo ascendente de aire a temperatura ambiente y se solidifican las gotas para dar cristales (gránulos). Los gránulos así
15 obtenidos presentan diámetros relativamente pequeños, así como una baja resistencia mecánica.

Las partículas de urea con diámetros de partícula más grandes y mejores propiedades mecánicas se preparan actualmente en la mayoría de los casos mediante granulación de una masa fundida de urea esencialmente libre de agua o de una solución de urea acuosa en un lecho fluidizado, tal como se describe, por ejemplo, en el documento
20 US 4.219.589. En estos procedimientos de granulación se añade una solución de urea acuosa con una concentración de urea del 70-99,9 % en peso en forma de gotas distribuidas de manera muy fina con un diámetro promedio de 20-120 µm en un lecho fluidizado de partículas de urea, seleccionándose la temperatura de modo que el agua se evapora de la solución aplicada por pulverización sobre las partículas y se deposita urea sobre las
25 partículas, de modo que se obtiene un granulado con un tamaño de partícula deseado de 2,5 mm y más.

Dado que en este procedimiento se producen cantidades relativamente grandes de polvo fino, en particular cuando la solución de urea usada presenta un contenido en agua de más del 5 % en peso, se usan con frecuencia aditivos de granulación, que reducen esta formación de polvo. La adición de estos aditivos conduce a que las partículas de granulado y en particular su superficie, sigan siendo plásticas, de modo que como consecuencia de sus movimientos de balanceo y choques se obtienen partículas redondas con una superficie lisa y una buena estabilidad mecánica. El
30 granulado así obtenido presenta por tanto una alta resistencia a la presión y a los choques, una baja tendencia a la formación de polvo mediante abrasión, así como además incluso en caso de almacenamiento más largo solo una baja tendencia al apelmazamiento. Los correspondientes aditivos de granulación se usan sin embargo no solo en la granulación en lecho fluidizado, sino también en otros procedimientos, tal como por ejemplo en la cristalización por
35 pulverización o en la granulación en tambor.

Como aditivos de granulación se usan habitualmente formaldehído o bien productos de adición y/o de condensación solubles en agua de formaldehído y urea, que sin embargo deben añadirse en cantidades relativamente grandes y debido a sus propiedades tóxicas en su manipulación son problemáticos. Los escapes de formaldehído representan
40 un riesgo agudo para la salud y medio ambiente, aunque la introducción de prepolímeros de urea-formaldehído tal como UF80 o UF85 ha reducido riesgos de este tipo. Además, se plantea de manera correspondiente a la clasificación como "sustancia cancerígena" mediante la IARC (International Agency for Research on Cancer como parte de la OMS) la cuestión de riesgos para la salud también en relación con la exposición crónica frente a vapores de formaldehído, que tampoco se evitan totalmente mediante el uso de prepolímeros de este tipo.
45

Otro problema durante la granulación de urea lo representa la producción de polvo, entendiéndose por esto partículas con un diámetro inferior a 0,5 mm. Esta producción de polvo puede atribuirse esencialmente a tres fuentes. En primer lugar, puede mencionarse el desgaste del granulado debido a movimientos y choques de las partículas, por ejemplo, en el lecho fluidizado, dependiendo la cantidad del polvo producido esencialmente de las propiedades mecánicas del granulado. Además, las boquillas generan en cada caso gotas con una cierta distribución de diámetros, solidificándose entonces las gotas más finas antes de que se choquen las partículas de urea, de modo que el polvo así formado abandona de nuevo el granulador con el aire de escape. Finalmente puede mencionarse como tercera fuente el polvo obtenido a partir de la trituración de partículas de granulado demasiado grandes, que se transfiere en los procedimientos e instalaciones según el estado de la técnica habitualmente de manera directa de
50 nuevo al granulador. Del 10 al 20 % en peso de las partículas trituradas tienen un diámetro inferior a 1 mm y una mayor proporción de éstas es polvo. Así se reconduce a través de esta proporción de partículas trituradas del 1 al 1,5 % de polvo por tonelada del producto final de nuevo al granulador y el 3-5 % del polvo total por tonelada del producto final de una instalación industrial puede deberse al granulador.
55

60 Para evitar o bien reducir los inconvenientes mencionados anteriormente se someten a estudio distintas alternativas al formaldehído y sus productos de adición y/o condensación, solubles en agua, que sin embargo están afectadas en cada caso también con limitaciones o bien inconvenientes.

A modo de ejemplo se remite al uso de lignosulfonatos de metal alcalino, tal como se describe en el documento US 5.766.302 o al uso de gloxal o hidratos de carbono. Éstos conducen, sin embargo, en el producto de urea obtenido dependiendo del procedimiento de preparación a una coloración amarillenta o parduzca, que en muchos casos no es
65

deseable, por ejemplo, en la preparación de melamina. Por otro lado, el uso de sustancias tensioactivas, tal como por ejemplo mezclas de poli(acetato de vinilo) y poli(alcohol vinílico) como aditivos de granulación conduce igualmente a problemas, dado que éstas tienden a la espumación, por ejemplo, cuando el aditivo se mezcla con la masa fundida o en los lavadores, donde se disuelve el polvo de urea tratado y altera el grado de acción de los lavadores. La tendencia de estas sustancias a la formación de espuma tiene además también repercusiones sobre el producto final, que presenta una densidad más baja y no se acepta por el mercado. En total no es aceptable por tanto una tendencia a la formación de espuma en aplicación industrial de los granulados de urea.

Dentro de las especificaciones medioambientales cada vez más rigurosas para la expulsión de óxidos de nitrógeno (NO_x) de vehículos diésel, obtiene una importancia cada vez mayor el uso de soluciones de urea puramente técnica. La solución de urea se conduce a este respecto en el gas de escape y en una reducción catalítica selectiva (SCR) conduce a la conversión de los dióxidos de nitrógeno existentes en el gas de escape en nitrógeno (N_2) y agua (H_2O). La urea inyectada en el gas de escape se descompone térmicamente en amoníaco (NH_3). El amoníaco que se libera de ese modo reduce los óxidos de nitrógeno existentes en el gas de escape. La composición de esta solución de urea técnicamente pura, también conocida como fluido de escape diésel, AUS 32 (aqueous urea solution) o AdBlue[®], se ha determinado de manera muy precisa de acuerdo con la norma ISO 22241. La solución de urea técnicamente pura contiene el 32,5 % en peso de urea. Un listado de las características de calidad e impurezas se encuentra también en el documento DIN 7007:2005-08. Esta norma fija en particular para aldehídos un valor límite de 5 mg/kg.

Debido a las especificaciones rigurosas con respecto a la pureza de la urea no puede usarse cualquier fuente de urea. Por regla general se mezclan por tanto la urea que se produce directamente en la preparación con agua completamente desalinizada (agua VE o agua destilada) en la concentración predeterminada y se transporta al lugar de destino. De esta manera se transportan además de la urea también hasta 2/3 de agua. Además, estas soluciones acuosas no pueden transportarse y almacenarse durante mucho tiempo de manera discrecional, más bien es posible una descomposición biológica. La alternativa, es decir el transporte del granulado de urea al lugar de destino, fracasa con frecuencia en los aldehídos existentes en el granulado, que impiden un uso como solución AUS 32 de agente de reducción de NO_x .

El documento US2003/0072698 divulga entre otras cosas el uso de una solución acuosa de urea, tras el mezclado de agua y urea sólida, como agente de reducción de NO_x para gases de escape procedentes de procesos de combustión.

El documento WO2006/091077 divulga composiciones de urea con aditivos para propiedades físicas mejoradas.

Por tanto, un objetivo de la presente invención es poner a disposición un procedimiento para la fabricación de una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel) a partir de una composición en forma de partículas que contiene urea y agua, que no presenté los inconvenientes del estado de la técnica o al menos en forma reducida.

Este objetivo se consigue mediante el objeto de la descripción y de las reivindicaciones.

Se encontró sorprendentemente que puede obtenerse con el procedimiento de acuerdo con la invención mediante mezclado de agua con una composición particular, que contiene urea con propiedades satisfactorias sin el uso de formaldehído y condensados de urea-formaldehído y junto con agua completamente desalinizada puede usarse para la preparación de una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel), preferentemente según la norma ISO 22241. En particular pueden así

- facilitarse partículas que contienen urea, que cumplen las especificaciones de pureza para la preparación de una solución AUS 32 (fluido de escape diésel). Además, puede realizarse la preparación de la solución AUS 32 (fluido de escape diésel) de manera descentralizada de la síntesis de urea y por consiguiente puede reducirse la cantidad que va a transportarse en hasta 2/3. Esto reduce además del consumo de combustible necesario también las emisiones que se liberan durante el transporte. Además, se reduce claramente el gasto de envasado para la solución de agente de reducción de NO_x AUS 32. El gasto para el transporte y envasado de una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 hasta en 2/3 más pesada en el lugar de la síntesis de urea con respecto al lugar de uso es claramente más alto que el envasado y transporte de una cantidad más pequeña de granulado de urea.
- pueden evitarse los riesgos para la salud y el medioambiente unidos con el uso de formaldehído y condensados de urea-formaldehído; y/o
- puede facilitarse una alternativa más económica para la preparación de las composiciones en comparación con composiciones preparadas usando formaldehído y condensados de urea-formaldehído. La composición de urea de acuerdo con la invención permite el uso de un granulado de urea optimizado para el sector de fertilizantes. La composición de urea inventiva cumple en solución acuosa sorprendentemente los valores límite mencionados en la norma DIN 7007:2005-08 en la tabla 1 para la solución AUS 32 (fluido de escape diésel). A diferencia de esto, las composiciones de urea convencionales para el sector de fertilizantes no pueden cumplir por regla

general esta norma, en particular mediante el alto contenido en formaldehído; y/o

- puede reducirse o incluso evitarse completamente la formación de polvo durante la preparación de la composición, y/o
- puede obtenerse una composición en forma de partículas, cuyas partículas en comparación con las composiciones preparadas usando formaldehído y condensados de urea-formaldehído muestran propiedades al menos comparables o incluso mejores, en particular en cuanto a las propiedades mecánicas tal como por ejemplo resistencia a la presión, resistencia a los choques, baja tendencia al desgaste o al apelmazamiento, en particular en el caso de almacenamiento durante más tiempo.

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel) que comprende al menos el mezclado de agua y de una composición en forma de partículas que contiene:

(i) urea;

y un aditivo que comprende un componente (ii):

(ii) combinación de al menos un polímero u oligómero que contiene grupos amino y al menos un compuesto de polivinilo funcionalizado;

en el que la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partículas asciende a > 60 % en peso y la proporción en peso del componente (ii) en la composición en forma de partículas asciende a < 1 % en peso y

en el que se obtiene una solución de urea y la proporción en peso del componente (i) en la solución de urea asciende a entre superior/igual al 31 % en peso e inferior/igual al 34 % en peso, en particular al 31,8 % en peso y 33,2 % en peso. La solución de urea obtenida corresponde en el contexto de las concentraciones predeterminadas en la norma ISO 22241 de la solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel).

La composición en forma de partículas de acuerdo con la invención contiene no contiene preferentemente ninguna cantidad o contiene solo cantidades insignificantes de aldehídos y/o azufre inferior a 20 ppm. Esto significa en el sentido de la invención que los componentes mencionados están contenidos en la solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 que puede obtenerse en una concentración más baja que lo indicado en la norma ISO 22241 y/o DIN 70070:2005-08.

Los polímeros y oligómeros que contienen grupos amino que van a usarse de acuerdo con la invención comprenden en particular polímeros y oligómeros con un peso molecular (MW) de 250 a 2.000.000, de 300 a 2.000.000, de 350 a 2.000.000, de 400 a 2.000.000, de 450 a 2.000.000, de 500 a 2.000.000, de 550 a 2.000.000, de 600 a 2.000.000, de 650 a 2.000.000, de 700 a 2.000.000, de 750 a 2.000.000, de 800 a 2.000.000, de 850 a 2.000.000, de 900 a 2.000.000, de 950 a 2.000.000, de 1000 a 2.000.000, de 1050 a 2.000.000, de 1100 a 2.000.000, de 1150 a 2.000.000, así como de 1200 a 2.000.000 Dalton.

Por ejemplo pueden presentar los polímeros y oligómeros que contienen grupos amino que van a usarse de acuerdo con la invención un peso molecular (MW) de 500 a 1.000.000, de 550 a 1.000.000, de 600 a 1.000.000, de 650 a 1.000.000, de 700 a 1.000.000, de 750 a 1.000.000, de 800 a 1.000.000, de 850 a 1.000.000, de 900 a 1.000.000, de 950 a 1.000.000, de 1000 a 1.000.000, de 1050 a 1.000.000, de 1100 a 1.000.000, de 1150 a 1.000.000, así como de 1200 a 1.000.000 Dalton o en el intervalo de 500 a 10.000, de 550 a 10.000, de 600 a 10.000, de 650 a 10.000, de 700 a 10.000, de 750 a 10.000, de 800 a 10.000, de 850 a 10.000, de 900 a 10.000, de 950 a 10.000, de 1000 a 10.000, de 1050 a 10.000, de 1100 a 10.000, de 1150 a 10.000, así como de 1200 a 10.000 Dalton.

Preferentemente, los polímeros y oligómeros que contienen grupos amino pueden presentar un contenido en nitrógeno del 10 al 50 % en peso, con respecto al peso del polímero u oligómero, y pueden contener grupos amino primarios, secundarios o terciarios, que contienen independientemente entre sí grupos alquilo o arilalquilo, por ejemplo alquilo C₁₋₆ o aril-alquilo C₁₋₃, pudiendo representar arilo en particular fenilo o piridilo, que puede estar no sustituido o sustituido dado el caso con 1, 2, 3, 4 o 5 sustituyentes independientemente entre sí seleccionados del grupo que está constituido por F, Cl, Br, CF₃, alquilo C₁₋₆, alcoxi C₁₋₆, NH₂, alquil C₁₋₆-amino y di(alquil C₁₋₆)amino.

Por ejemplo se tienen en consideración como polímeros y oligómeros que contienen grupos amino poliaminas, poliaminas poliméricas, polímeros de vinilo sustituidos con nitrógeno, polioxazolinás, polipropilenimina y sus dendrímeros, polietilenimina y sus dendrímeros, poliamidoamina y sus dendrímeros, así como copolímeros y derivados y combinaciones de dos o más de las sustancias mencionadas.

Los polímeros y oligómeros que contienen grupos amino preferentes comprenden poliaminas y poliaminas poliméricas, polialquileniminas tal como por ejemplo polietileniminas y polipropileniminas, polivinilaminas, poliaminas polialcoxiladas, poliaminas etoxiladas, poliaminas propoxiladas, poliaminas alquiladas y benciladas así como combinaciones de dos o más de los componentes mencionados anteriormente.

Se usan de manera muy especialmente preferente como polímeros y oligómeros que contienen grupos amino polietileniminas, dendrímeros de polietilenimina, así como sus copolímeros, derivados y mezclas de al menos dos de estos componentes.

5 Las polietileniminas adecuadas pueden comprender polímeros u oligómeros de polietilenimina lineales o ramificados con por ejemplo 10 o más unidades de monómero así como sus derivados, análogos, copolímeros y mezclas de al menos dos de estos componentes.

10 Las polietileniminas pueden obtenerse mediante la polimerización de etilenimina y pueden obtenerse comercialmente en el mercado, por ejemplo en forma de familias de producto Lupasol[®] y Epomin[®] y en este caso en particular de los productos Lupasol[®] G20, Lupasol[®] FG, Lupasol[®] G35, Lupasol[®] P, y Lupasol[®]1595 (los productos Lupasol[®] pueden obtenerse de BASF (Florham Park, NJ, EE.UU.)), así como Epomin[®] SP-003, Epomin[®] SP-006, Epomin[®] SP-012, Epomin[®] SP-018, Epomin[®] SP-200, Epomin[®] SP-1000, y Epomin[®] SP-1050 (los productos Epomin[®] pueden obtenerse de Nippon Shokubai (Osaka, Japón)).

15 Como compuestos de polivinilo funcionalizados se tienen en consideración de acuerdo con la invención en particular compuestos que se basan en la unidad de repetición (CHXCHY)_n, en la que X se selecciona del grupo que está constituido por H, NH₂, OH, COOH, COR, CONH₂, CH₂NH₂, CH₂NHR, CH₂OH y CH₂OR y Y se selecciona del grupo que está constituido por NH₂, OH, COOH, COR, CONH₂, CH₂NH₂, CH₂NHR, CH₂OH y CH₂OR y en la que R en cada caso independientemente entre sí puede representar alquilo, en particular alquilo C₁₋₆, o arilo, en particular puede representar fenilo o piridilo, que puede estar no sustituido o sustituido dado el caso con 1, 2, 3, 4 o 5 sustituyentes independientemente entre sí seleccionados del grupo que está constituido por F, Cl, Br, CF₃, alquilo C₁₋₆, alcoxi C₁₋₆, NH₂, alquil C₁₋₆-amino y di(alquil C₁₋₆)amino.

25 Por ejemplo pueden presentar los compuestos de polivinilo funcionalizados que van a usarse de acuerdo con la invención un peso molecular (MW) de 250 a 2.000.000, de 300 a 2.000.000, de 350 a 2.000.000, de 400 a 2.000.000, de 450 a 2.000.000, de 500 a 2.000.000, de 550 a 2.000.000, de 600 a 2.000.000, de 650 a 2.000.000, de 700 a 2.000.000, de 750 a 2.000.000, de 800 a 2.000.000, de 850 a 2.000.000, de 900 a 2.000.000, de 950 a 2.000.000, de 1000 a 2.000.000, de 1050 a 2.000.000, de 1100 a 2.000.000, de 1150 a 2.000.000, así como de 1200 a 2.000.000 Dalton.

30 Como compuesto de polivinilo funcionalizado se tiene en consideración preferentemente poli(alcohol vinílico) o polivinilamina o su mezcla. De manera especialmente preferente, el compuesto de polivinilo funcionalizado es una polivinilamina.

35 La polivinilamina y el poli(alcohol vinílico) pueden presentar en cada caso preferentemente un peso molecular (MG) de 500 a 1.000.000, de 550 a 1.000.000, de 600 a 1.000.000, de 650 a 1.000.000, de 700 a 1.000.000, de 750 a 1.000.000, de 800 a 1.000.000, de 850 a 1.000.000, de 900 a 1.000.000, de 950 a 1.000.000, de 1000 a 1.000.000, de 1050 a 1.000.000, de 1100 a 1.000.000, de 1150 a 1.000.000, así como de 1200 a 1.000.000 Dalton o en el intervalo de 500 a 10.000, de 550 a 10.000, de 600 a 10.000, de 650 a 10.000, de 700 a 10.000, de 750 a 10.000, de 800 a 10.000, de 850 a 10.000, de 900 a 10.000, de 950 a 10.000, de 1000 a 10.000, de 1050 a 10.000, de 1100 a 10.000, de 1150 a 10.000, así como de 1200 a 10.000 Dalton.

45 Las polivinilaminas adecuadas comprenden en particular polímeros y copolímeros lineales, que pueden derivarse de monómeros de vinilformamida y pueden comprender copolímeros de polivinilamina catiónicos y aniónicos así como polivinilaminas cargadas y protonadas.

50 Las polivinilaminas adecuadas pueden obtenerse adquiriéndolas en el mercado, por ejemplo, aquellas de la familia de productos Lupamin[®] y en este caso en particular los productos Lupamin[®] 1595, Lupamin[®] 4500, Lupamin[®] 5095, Lupamin[®] 9030, Lupamin[®] 9050 y Lupamin[®] 9095. Ejemplos de copolímeros de polivinilamina catiónicos y aniónicos son aquellos de la familia de productos Luredur[®] y en este caso en particular los productos Luredur[®] Am na, Luredur[®] AV, Luredur[®] VH, Luredur[®] VI, Luredur[®] VM, Luredur[®] PR8094, Luredur[®] PR8261, y Luredur[®] PR8349. Ejemplos de polivinilaminas cargadas o protonadas son productos de la serie de productos Catiofast[®] y en este caso en particular los productos Catiofast[®] GM, Catiofast[®] PL, Catiofast[®] PR8236, Catiofast[®] VCB, Catiofast[®] VFH, Catiofast[®] VLW, Catiofast[®] VMP y Catiofast[®] VSH. Los productos Lupamin[®], Luredur[®], y Catiofast[®] pueden obtenerse de BASF (Florham Park, NJ, EE.UU.).

60 Siempre que no se indique lo contrario, las indicaciones de peso indicadas en relación con la composición en forma de partículas (% en peso) se refieren en cada caso siempre al peso total de la composición en forma de partículas. El experto reconoce que los componentes indicados e indicaciones de peso no deben cumplirse para cualquier cantidad parcial pequeña de manera discrecional, sino en promedio de una cantidad representativa de las partículas preparadas.

65 Siempre que no se indique lo contrario, las indicaciones de peso indicadas en relación con la solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 o solución de urea (% en peso) se refieren en cada caso siempre al peso total de la solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 o solución de urea.

La composición en forma de partículas de acuerdo con la invención puede contener dado el caso además de las partes constituyentes mencionadas otras partes constituyentes. El tipo de las partes constituyentes, así como su cantidad dependen por ejemplo del componente (i) usado. Así, la composición en forma de partículas de acuerdo con la invención puede contener agua, por ejemplo, en una cantidad del 0,05 al 0,5 % en peso, en particular del 0,1 al 0,3 % en peso y productos secundarios de la síntesis de urea, tal como por ejemplo biuret o NH_3 . Habitualmente, la proporción de los productos secundarios asciende a no más del 1,5 % en peso, en particular a no más del 1,25 % en peso.

En una forma de realización preferente del procedimiento contiene la composición en forma de partículas como componente (iii) del aditivo al menos un compuesto seleccionado del grupo de los ácidos dicarboxílicos alifáticos, sus sales y anhídridos, de los ácidos tricarboxílicos alifáticos, sus anhídridos, de los ácidos dicarboxílicos aromáticos, sus sales y anhídridos, así como los anhídridos, en el que preferentemente la proporción en peso del componente (i) asciende a > 60 % en peso y la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición a < 1 % en peso.

El experto reconoce que los componentes (ii) y (iii) usados en la preparación de la composición en forma de partículas pueden aparecer parcialmente o incluso completamente en interacción dado el caso entre sí y dado el caso también con el componente urea (i). Así se conoce por ejemplo la reticulación con formación de enlaces covalentes para aldehídos o bien anhídridos de ácido carboxílico con urea o la formación de complejos de urea y ácidos carboxílicos. Los componentes, tal como por ejemplo poli(alcohol vinílico) y polivinilamina tienden a la formación de enlaces por puente de hidrógeno. Dado el caso se encuentran los componentes usados para la preparación de la composición en forma de partículas en el producto final obtenido por tanto en forma parcial o completamente modificada. De acuerdo con la invención están comprendidos conjuntamente también componentes modificados de este tipo.

En una forma de realización especialmente preferente del procedimiento contiene la composición en forma de partículas de acuerdo con la invención

(i) urea;

y un aditivo que comprende el componente (ii) y un componente (iii):

(ii) combinación de polietilenimina y poli(alcohol vinílico) o combinación de polietilenimina y polivinilamina;

(iii) al menos un compuesto seleccionado del grupo de los ácidos dicarboxílicos alifáticos, sus sales y anhídridos, de los ácidos tricarboxílicos alifáticos, sus sales y anhídridos, de los ácidos dicarboxílicos aromáticos y anhídridos,

en el que preferentemente la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partícula asciende a > 97 % en peso y la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición en forma de partícula asciende a < 1 % en peso.

Siempre que la composición de acuerdo con la invención presente un ácido dicarboxílico alifático como componente (iii), puede seleccionarse éste preferentemente del grupo que está constituido por ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido undecanodioico, ácido dodecanodioico, ácido tridecanodioico, ácido tetradecandioico, ácido hexadecandioico, así como en cada caso sus anhídridos. De manera especialmente preferente se encuentra como ácido dicarboxílico del componente (iii) ácido oxálico, ácido succínico o una mezcla de estos dos ácidos.

Siempre que la composición de acuerdo con la invención presente un ácido tricarboxílico alifático como componente (iii), puede seleccionarse éste preferentemente del grupo que está constituido por ácido cítrico, ácido iso-cítrico, así como en cada caso sus anhídridos. De manera especialmente preferente se encuentra como ácido tricarboxílico del componente (iii) ácido cítrico.

Si la composición de acuerdo con la invención presenta como componente (iii) un ácido dicarboxílico aromático o su anhídrido, entonces puede seleccionarse éste preferentemente del grupo que está constituido por ácido ftálico, anhídrido de ácido ftálico, ácido isoftálico y ácido tereftálico. De manera especialmente preferente se encuentra como ácido dicarboxílico aromático del componente (iii) o bien su anhídrido ácido ftálico, anhídrido ftálico o su mezcla.

En otra forma de realización preferente del procedimiento contiene la composición en forma de partículas

(i) urea;

y un aditivo que comprende el componente (ii) y el componente (iii):

(ii) combinación de polietilenimina y polivinilamina;

(iii) al menos un compuesto seleccionado del grupo que está constituido por ácido oxálico, ácido succínico, ácido cítrico, ácido ftálico y anhídrido ftálico,

5 en el que la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partículas asciende a > 97 % en peso y la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición en forma de partículas asciende a < 1 % en peso.

10 Las formas de realización muy especialmente preferentes de la composición en forma de partículas en el procedimiento contienen

(i) urea;

y un aditivo seleccionado del grupo (a)-(g)

15 (a) aditivo que comprende (ii) una combinación de polietilenimina y polivinilamina;

(c) aditivo que comprende (ii) una combinación de polietilenimina y polivinilamina y (iii) ácido oxálico;

20 (d) aditivo que comprende (ii) una combinación de polietilenimina y polivinilamina y (iii) ácido cítrico;

(e) aditivo que comprende (ii) una combinación de polietilenimina y polivinilamina y (iii) ácido succínico;

(f) aditivo que comprende (ii) una combinación de polietilenimina y polivinilamina y (iii) ácido ftálico;

25 (g) aditivo que comprende (ii) una combinación de polietilenimina y polivinilamina y (iii) anhídrido ftálico;

en el que la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partículas asciende a > 97 % en peso y la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición en forma de partículas asciende a < 1 % en peso.

La proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partícula asciende preferentemente a > 97 % en peso, de manera especialmente preferente a > 98 % en peso, de manera muy especialmente preferente a > 98,5 % en peso.

La proporción en peso del componente aditivo puede variar, por ejemplo, dependiendo de los componentes usados (ii) y (iii). Preferentemente asciende la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición en forma de partícula a < 0,5 % en peso, de manera especialmente preferente a < 0,4 % en peso, de manera muy especialmente preferente a < 0,3 % en peso y aún más preferentemente a < 0,25 % en peso.

Siempre que el componente de aditivo comprenda dos o más componentes, pueden variar también sus proporciones relativas. Así puede encontrarse por ejemplo la relación en peso de los componentes (ii) y (iii) en el intervalo de 1:20 a 20:1, preferentemente de 1:15 a 15:1, de manera especialmente preferente de 1:10 a 10:1 y puede comprender valores incrementales entremedias.

Las formas de realización muy especialmente preferentes de la composición en forma de partículas del procedimiento contienen una combinación de polietilenimina y polivinilamina. La relación en peso de polietilenimina y polivinilamina dentro de la combinación de estos dos componentes puede variar, por ejemplo, en el intervalo de 1:20 a 20:1, preferentemente de 1:15 a 15:1, de manera especialmente preferente de 1:10 a 10:1 y puede comprender valores incrementales entremedias.

Además, puede variar también la relación en peso de la combinación de los dos componentes polietilenimina y polivinilamina con respecto al componente (iii) y en cada caso por ejemplo en el intervalo de 1:20 a 20:1, preferentemente de 1:15 a 15:1, de manera especialmente preferente de 1:10 a 10:1 y puede comprender valores incrementales entremedias.

En una forma de realización preferente del procedimiento, la composición en forma de partículas de acuerdo con la invención está esencialmente libre de formaldehído. La expresión "esencialmente libre de formaldehído" significa en el sentido de la presente invención que la composición presenta < 0,1 % en peso, preferentemente < 0,05 % en peso, de manera especialmente < 0,005 % en peso y aún más preferentemente < 0,0005 % en peso de formaldehído.

La invención comprende además una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel) que puede obtenerse de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención. La solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 se diferencia a este respecto en sus impurezas predeterminadas mediante los aditivos de partícula de soluciones de urea pura en agua. En particular, las adiciones poliméricas pueden caracterizarse por dificultad de

manera distinta excepto a través del procedimiento.

Todas las formas de realización preferentes, que se han descrito anteriormente en relación con la composición en forma de partículas de acuerdo con la invención, se aplican de manera correspondiente también para el uso de acuerdo con la invención del aditivo para la preparación de una composición en forma de partículas que contiene urea y por tanto no se repiten en este punto.

A continuación, se divulga por motivos de completitud aún un posible procedimiento de acuerdo con el documento WO 2015/193377 A1 para la preparación de una composición en forma de partículas, que contiene urea que comprende las etapas:

(A) facilitar una solución que contiene urea;

(B) granular la solución que contiene urea con adición de un aditivo con una composición tal como se ha descrito anteriormente.

Todas las formas de realización preferentes, que se han descrito anteriormente en relación con la composición en forma de partículas de acuerdo con la invención, se aplican de manera correspondiente también para el procedimiento divulgado para la preparación de una composición en forma de partículas que contiene urea y por tanto no se repiten en este punto.

En una forma de realización preferente del procedimiento para la preparación de una composición en forma de partículas asciende el contenido en urea de la solución usada en la etapa (A) a > 60 % en peso, preferentemente a > 95 % en peso, de manera especialmente preferente a > 97 % en peso, de manera muy especialmente preferente a > 98 % en peso, aún más preferentemente a > 98,5 % en peso.

La granulación de la solución que contiene urea con adición de un aditivo de acuerdo con la etapa (B) puede realizarse según métodos habituales, conocidos por experto, por ejemplo, por medio de cristalización por pulverización (granulación), granulación en tambor o granulación en lecho fluidizado.

En una forma de realización divulgada del procedimiento para la preparación de una composición en forma de partículas se realiza la granulación en la etapa (B) por medio de granulación en lecho fluidizado que comprende las etapas

(B1) facilitar gérmenes que contienen urea;

(B2) fluidificar gérmenes que contienen urea;

(B3) aplicar por granulación la solución que contiene urea usando un aditivo con una composición tal como se ha descrito anteriormente.

Siempre que el aditivo comprenda dos o más componentes, pueden usarse éstos en cada caso de manera individual o juntos, o también en forma de mezclas previas en el procedimiento de acuerdo con la invención. Los momentos y la adición de los componentes pueden variar. Así por ejemplo es posible, añadir uno o varios de los componentes en la solución de urea facilitada o también añadir uno o varios de los componentes en primer lugar inmediatamente antes de la aplicación por pulverización de la solución que contiene urea a ésta. Dependiendo de la naturaleza de los componentes puede ser ventajoso usar los componentes en forma de soluciones, suspensiones, emulsiones o similares. Como líquidos adecuados para las soluciones u otras formulaciones se tienen en consideración en particular agua, sin embargo también disolventes orgánicos tal como por ejemplo alcoholes, éteres, etc.

La temperatura de la solución que contiene urea asciende preferentemente a > 130 °C.

En una forma de realización para la preparación de una composición en forma de partículas comprende el procedimiento la etapa (C):

(C): Separación de la composición de urea en forma de partículas separada tras su preparación en tres fracciones, en las que

una fracción (F1) contiene partículas con el tamaño objetivo deseado,

una fracción (F2) contiene partículas con un tamaño por encima del tamaño objetivo deseado, y

una fracción (F3) contiene partículas con un tamaño por debajo del tamaño objetivo deseado, y

reconduciéndose preferentemente la fracción F2 tras una trituración de las partículas y la fracción F3 de nuevo al procedimiento.

En instalaciones para la preparación de urea y su procesamiento para obtener composiciones en forma de partículas se produce habitualmente también amoníaco. Éste puede transformarse mediante un lavado con ácidos adecuados, tal como por ejemplo ácido nítrico o ácido sulfúrico en las correspondientes sales de amonio, tal como por ejemplo nitrato de amonio o sulfato de amonio y éstas se alimentan a un uso posterior, por ejemplo, en fertilizantes. Los procedimientos y realización del lavado con ácido adecuados se han descrito por ejemplo en el documento

WO2010/060535.

En otra forma de realización para la preparación de una composición en forma de partículas comprende el procedimiento divulgado la etapa (D):

5 (D) Lavado con ácido.

El lavado con ácido puede realizarse ventajosamente también usando los ácidos descritos anteriormente del componente (iii).

10 Otro aspecto divulgado de la invención se refiere a un dispositivo para la preparación de una composición en forma de partículas que contiene urea que comprende:

(a) un granulador;

15 (b) al menos un agente para la adición de un aditivo tal como se ha descrito anteriormente;

(c) al menos un agente para la separación de la composición en forma de partículas en fracciones de distinto tamaño de partícula;

20 (d) dado el caso al menos un agente para la realización de un lavado con ácido.

En una forma de realización preferente del dispositivo de acuerdo con la invención es el granulador (a) un granulador de lecho fluidizado.

25 El dispositivo divulgado es adecuado especialmente para la realización del procedimiento divulgado.

Otro aspecto de la invención se refiere al uso de la solución AUS 32 obtenida de acuerdo con la invención de urea en agua en vehículos diésel, instalaciones de calefacción, plantas de incineración de residuos, turbinas de gas, motores de barco o instalaciones industriales para la reducción de óxidos de nitrógeno. La solución de acuerdo con la invención se inyecta para ello por ejemplo en el flujo de gas de escape del vehículo y a través de un catalizador SCR, por ejemplo, de titanio, se realiza la reducción de los óxidos de nitrógeno para dar N_2 y H_2O . El mecanismo discurre a este respecto por ejemplo a través de la termólisis de la urea para dar ácido isocianico y posterior hidrólisis para dar amoníaco. El amoníaco reacciona finalmente en el catalizador con los óxidos de nitrógeno.

35 A continuación, la invención se explica por medio de ejemplos. Estas explicaciones son únicamente a modo de ejemplo y no limitan las ideas generales de la invención.

Ejemplos:

40 Ejemplo 1:

En una instalación de ensayo se granuló urea en un granulador de lecho fluidizado con un lecho fluidizado cilíndrico de 40 cm de diámetro a una temperatura de aproximadamente 108 °C. El lecho fluidizado estaba cerrado en el lado inferior con una placa perforada, cuyos orificios presentaban un diámetro de 2,0 mm. El aire de fluidificación fluía con una velocidad superficial de aproximadamente 2 m/s en el lecho fluidizado. Un rebosadero se colocó 10 cm por encima de la placa de base en la pared lateral del lecho. Una cantidad definida (aproximadamente 45 kg) de partículas de urea o de granulado de urea con una distribución de tamaño estrecha se añadió entonces como germen para la granulación en la columna del granulador. El lecho con los gérmenes (aproximadamente 50 cm de profundidad) se fluidificó con aire caliente a una temperatura de aproximadamente 100 °C y se inició con la adición de solución de urea a del 96 al 97 % en peso con una temperatura de aproximadamente 135 °C, tan pronto como el lecho hubo alcanzado la temperatura prevista para el funcionamiento de aprox. 108 °C. A partir de un tanque de almacenamiento se añadió al granulador de lecho fluidizado entonces la solución de urea con un contenido en agua del 3-4 % en peso con una velocidad de 350 kg/h a través de una boquilla pulverizadora, que se hacía funcionar a una temperatura de aproximadamente 140 °C con aire, alimentado con una velocidad de 240 kg/h. Los aditivos usados de acuerdo con la siguiente tabla 1 para la granulación se mezclaron entonces a aproximadamente 135 ° con la solución de urea. Los sólidos se descargaron en intervalos regulares de 5 minutos a través de una salida del lecho fluidizado, para conseguir una altura en gran parte constante del lecho. Las muestras de los sólidos así extraídos se tamizaron entonces en cada caso, para determinar su distribución de tamaño. No se recondujeron sólidos al granulador de lecho fluidizado. La duración por carga ascendía en cada caso a aproximadamente 30 minutos. Tras el transcurso de este tiempo se interrumpió la alimentación, se enfrió el granulado hasta aproximadamente 100 °C, se separó del granulador de lecho fluidizado y para su separación se tamizó en las distintas fracciones. La fracción con la distribución de tamaño deseada se enfrió entonces hasta aproximadamente 60 °C, para analizar sus propiedades de producto. Todas las fracciones se pesaron, para determinar la velocidad de crecimiento del granulado. Además se recogió y se pesó también el polvo de los filtros de bolsa del dispositivo de aire de escape.

65 De manera correspondiente al modo de procedimiento descrito anteriormente se realizaron también ensayos de

comparación para la granulación sin adición de aditivo, así como con polivinilamina (PVA), una mezcla de polivinilamina/polietilenimina o un aditivo convencional (aditivo de urea-formaldehído UF80) y se procesó y analizó en cada caso el granulado obtenido de manera correspondiente.

- 5 La siguiente tabla 1a reproduce la correspondiente valoración de los granulados en cuanto a la formación de polvo, resistencia a la presión, densidad y apelmazamiento. La sensibilidad indicada igualmente para la formación de polvo es el resultado de una valoración visual del polvo captado de un enfriador de lecho fluidizado pequeño. La escala usada para la valoración de los granulados obtenidos está reproducida en la tabla 1b.

10

Tabla 1a:

Aditivo	--	UF80	PVA	PEI/PVA 95/5 % en peso ¹⁾	PEI/PVA/ ácido oxálico 5/90/5 % en peso ²⁾
De acuerdo con la invención (E) / comparación (V)	V	V	V	E	E
Dosificación mg/kg	0	5500	500	800	500
Parámetro					
Polvo en el filtro del granulador	5	2	5	3	2
Formación de polvo enfriamiento	5	2	4	2	3
Apelmazamiento %	2	1	3	1	2
Dureza de grumos	3	1	3	1	1
Resistencia a la presión	4	2	3	3	2
Densidad aparente (suelto)	3	1	3	1	1
Valoración (no ponderada)	22	9	21	11	11

PVA: Polivinilamina PEI: Polietilenimina
 1) en cada caso con respecto a la mezcla de PVA y PEI
 2) en cada caso con respecto a la mezcla de PVA, PEI y ácido oxálico

Tabla 1b:

Escala	Polvo en el filtro (%)	Enfriamiento de polvo	Resistencia a la presión kg	Densidad aparente (g/l)	Apelmazamiento (%)	Dureza (kg)
1	0-4	0	>3,5	>675	0	ninguno
2	> 4-6	1	> 3,0-3,5	675-665	0-10	baja
3	> 6-8	2	> 2,5-3,0	<665-655	11-20	media
4	> 8-10	2-3	> 2,0-2,5	<655-645	21-30	dura
5	>10	3	< 2,0	< 645	>30	

Ejemplo 2:

- 15 De manera correspondiente al modo de procedimiento descrito en el ejemplo 1 se determinó la influencia de un aditivo de granulación de acuerdo con la invención de ácido oxálico en distintas dosificaciones y de una mezcla de 500 mg/kg de polietilenimina y polivinilamina (40 % en peso/60 % en peso, en cada caso con respecto a la mezcla de polietilenimina y polivinilamina). Según esto se añadió el ácido oxálico en el tanque de almacenamiento de la solución de urea y se alimentó la mezcla de polietilenimina/polivinilamina al flujo de urea alimentado a la boquilla antes de la pulverización. La solución de urea así obtenida con un contenido en agua del 3 % en peso se alimentó entonces a una temperatura de 132 °C con una velocidad de 350 kg/h y el procesamiento se realizó tal como se ha descrito en el ejemplo 1. Un correspondiente ensayo de comparación con formaldehído se realizó igualmente.
- 20
- 25 En la siguiente tabla 2 está reproducida en cada caso la proporción de polvo en el granulador de lecho fluidizado:

Tabla 2:

	De acuerdo con la invención (E) / comparación (V)	Dosificación en mg/kg	Proporción en peso / granulador en %
ácido oxálico	E	0	5,19
	E	250	4,44
	E	500	4,05
	E	1000	2,81

(continuación)

	De acuerdo con la invención (E) / comparación (V)	Dosificación en mg/kg	Proporción en peso / granulador en %
formaldehído	V	4500	3,9

- Los estudios de los granulados obtenidos de acuerdo con los ejemplos 1-2 han dado como resultado que tanto la formación de polvo como también las propiedades del granulado (resistencia a la presión, tendencia al apelmazamiento) se mejoran con la adición de los aditivos de acuerdo con la invención. El resultado era comparable con los resultados obtenidos con el uso de formaldehído o incluso mejor, requiriéndose esencialmente cantidades más bajas de aditivos.

Ejemplo 3:

- El ejemplo 3 muestra en la tabla 3 una comparación entre una solución de urea de comparación con urea de grado de fertilizante típica, es decir urea típica usada como fertilizante, y una solución de urea de acuerdo con la invención.

Tabla 3:

	Especificación AUS32 de la norma DIN 70070:2005-08, tabla 1		Solución de urea de comparación con urea de grado de fertilizante típica	Solución de urea de acuerdo con la invención	
	mín.	máx.			
Proporción de urea	31,8	33,2	32,5	32,5	% en peso
Densidad a 20 °C	1,087	1,093	k.A.	1,0903	g/cm ³
Refracción a 20 °C	1,3814	1,3843	k.A.	1,3828	
Alcalinidad como NH ₃		0,2	k.A.	0,2	%
Biuret		0,3	0.276-0.333	< 0.3	%
Aldehídos		5	1138-1788	< 5	mg/kg
Partes constituyentes insolubles		20	k.A.	< 20	mg/kg
Fosfatos (PO ₄)		0,5	k.A.	< 0,5	mg/kg
Ca, Fe (en cada caso)		0,5	k.A.	< 0,5	mg/kg
Cu, Zn, Cr, Ni, Al (en cada caso)		0,2	k.A.	< 0.2	mg/kg
Mg, Na, K (en cada caso)		0,5	k.A.	< 0,5	mg/kg

- Tal como puede observarse en la tabla 3, la solución de urea de acuerdo con la invención con el 32,5 % en peso de urea cumple los valores límite indicados en la especificación (tabla 1 de la norma DIN 70070:2005-08). En una solución de urea típica en el comercio (urea de grado fertilizante), con igualmente el 32,5 % en peso de urea, se encuentran los valores para aldehídos claramente por encima de los valores límite. El contenido en biuret se encuentra en el intervalo del valor límite. Para las otras proporciones de la solución de urea típica en el comercio (urea de grado fertilizante) no se encuentra ninguna indicación (k.A.).

- Debido a la proporción de aldehído muy alta de la solución de urea típica en el comercio comparable, es sorprendente la posibilidad de uso de la composición de urea en forma de partículas de acuerdo con la invención desarrollada igualmente para el sector de fertilizantes en el sector de la solución AUS 32 (fluido de escape diésel). Al mismo tiempo, la composición en forma de partículas de acuerdo con la invención puede secarse y transportarse mejor en comparación con urea técnicamente pura. La composición en forma de partículas de acuerdo con la invención muestra una estabilidad de partícula más alta, capacidad de almacenamiento (tendencia al apelmazamiento más alta de la urea técnica), poca formación de polvo y absorción de agua más baja que urea técnica pura. Estos inconvenientes mencionados anteriormente dificultan una preparación reproducible de una solución AUS 32 (fluido de escape diésel) de urea técnica.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel) que comprende al menos el mezclado de agua y de una composición en forma de partículas, que contiene:
- 5 (i) urea;
- y un aditivo que comprende componente (ii):
- (ii) combinación de al menos un polímero o un oligómero que contienen grupos amino y de al menos un compuesto de polivinilo funcionalizado;
- 10 en donde la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partículas asciende a > 60 % en peso y la proporción en peso del componente (ii) en la composición en forma de partículas asciende a < 1 % en peso, y
- 15 en donde se obtiene una solución de urea y la proporción en peso del componente (i) en la solución de urea obtenida asciende a entre superior/igual al 31 % en peso e inferior/igual al 34 % en peso.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el aditivo comprende el componente (iii):
- (iii) al menos un compuesto seleccionado del grupo de los ácidos dicarboxílicos alifáticos, y anhídridos, de los ácidos tricarboxílicos alifáticos, y anhídridos, de los ácidos dicarboxílicos aromáticos, y anhídridos,
- 20 en donde la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partículas asciende a > 60 % en peso y la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición en forma de partículas asciende a < 1 % en peso.
3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que la composición en forma de partículas contiene:
- 25 (i) urea;
- y un aditivo que comprende el componente (ii) y el componente (iii):
- 30 (ii) combinación de polietilenimina y poli(alcohol vinílico) o combinación de polietilenimina y polivinilamina;
- (iii) al menos un compuesto seleccionado del grupo de los ácidos dicarboxílicos alifáticos, y anhídridos, de los ácidos tricarboxílicos alifáticos, y anhídridos, de los ácidos dicarboxílicos aromáticos y anhídridos;
- 35 en donde la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partículas asciende a > 97 % en peso y la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición en forma de partículas asciende a < 1 % en peso.
- 40 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1-3, en el que la composición en forma de partículas contiene:
- (i) urea;
- 45 y un aditivo que comprende el componente (ii) y el componente (iii):
- (ii) combinación de polietilenimina y polivinilamina;
- (iii) al menos un compuesto seleccionado del grupo que está constituido por ácido oxálico, ácido succínico, ácido cítrico, ácido ftálico, anhídrido de ácido ftálico,
- 50 en donde la proporción en peso del componente (i) en la composición en forma de partículas asciende a > 97 % en peso y la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición en forma de partículas asciende a < 1 % en peso.
- 55 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1-4, en el que la polietilenimina del componente (ii) presenta un peso molecular en el intervalo de 500 - 2.000.000 Da.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1-5, en el que la polivinilamina del componente (ii) presenta un peso molecular en el intervalo de 500 - 1.000.000 Da.
- 60 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1-6, en el que la proporción en peso del componente (i) en la composición asciende a > 98 % en peso, preferentemente a > 98,5 % en peso.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1-7, **caracterizado por que** la proporción en peso de la suma de los componentes (ii) y (iii) en la composición asciende a < 0,5 % en peso, preferentemente a < 0,4 % en peso, de manera especialmente preferente a < 0,3 % en peso y de manera muy especialmente preferente a < 0,25
- 65

% en peso.

5 9. Uso de la solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 de urea en agua obtenida en una de las reivindicaciones 1 a 8 en vehículos diésel, instalaciones de calefacción, plantas de incineración de residuos, turbinas de gas, motores de barco o instalaciones industriales para la reducción de óxidos de nitrógeno.

10. Solución de agente de reducción de NO_x AUS 32 (fluido de escape diésel), que puede obtenerse de acuerdo con un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8.