

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 805 062**

51 Int. Cl.:

C05C 9/00 (2006.01)

C05G 3/00 (2010.01)

C05G 3/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.02.2017 PCT/EP2017/054397**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.08.2017 WO17144698**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.02.2017 E 17710143 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.05.2020 EP 3419953**

54 Título: **Formulaciones líquidas inhibidoras de ureasa**

30 Prioridad:

24.02.2016 EP 16157221

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

10.02.2021

73 Titular/es:

**YARA INTERNATIONAL ASA (100.0%)
Drammensveien 131
0277 Oslo, NO**

72 Inventor/es:

**COLPAERT, FILIP;
LEDOUX, FRANCOIS y
VAN BELZEN, RUUD**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 805 062 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

Formulaciones líquidas inhibidoras de ureasa

5 **Campo técnico**

La presente solicitud generalmente se relaciona con un método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica y productos obtenidos con el mismo.

10

Antecedentes

Urea es el fertilizante que contiene nitrógeno más común. Urea tiene el contenido más alto de nitrógeno de todos los fertilizantes que contienen nitrógeno en uso común (46 %). Su consumo a nivel mundial se ha aumentado considerablemente, de aproximadamente 20 millones de toneladas a comienzos de los setenta a aproximadamente 100 millones de toneladas al comienzo del siglo veintiuno. El nitrógeno es un elemento básico para cualquier sistema vivo como un constituyente de proteína. Desafortunadamente, el nitrógeno de urea no puede ser asimilado directamente por las plantas y necesita ser convertido a través de hidrólisis en amoníaco y nitrificación en nitrato. La urea primero es hidrolizada en el suelo bajo la acción de una enzima, comúnmente denominada ureasa, para producir amoníaco y dióxido de carbono. Las ureasas son encontradas en numerosas bacterias, hongos, algas, plantas y algunos invertebrados, así como en suelo, como una enzima de suelo. La hidrólisis de urea tiende a aumentar el pH de su ambiente a medida que el amoníaco es disuelto en el agua en el suelo, y parte del amoníaco también se puede liberar en la atmósfera, un proceso denominado volatilización de amoníaco, volviéndose así no disponible para la planta. Aproximadamente 50 % en peso del nitrógeno puede algunas veces perderse como resultado de la volatilización de amoníaco, todo dependiendo del tipo de suelo, contenido de agua, pH, condiciones climáticas, etc.

La disponibilidad de nitrógeno, que se origina de urea, al sistema de la raíz de las plantas se puede mejorar al combinar un fertilizante que contiene urea (es decir, mediante incorporación o adición) con un inhibidor de ureasa. Los inhibidores de ureasa con compuestos que son capaces de reducir temporalmente la actividad de la enzima retardar la tasa a la cual la urea es hidrolizada, evitando picos de concentración de amoníaco y por lo tanto, limitando las pérdidas al aire. Existen varios compuestos que pueden inhibir ureasa, pero sólo unos pocos son no tóxicos, efectivos a bajas concentraciones, lo suficientemente químicamente estables y capaces de combinarse con fertilizantes que contienen urea.

Entre los inhibidores de ureasa más efectivos conocidos hoy en día están los compuestos de triamida fosfórica, primero divulgados en el documento US 4.530.714 (Allied Corporation, 1985). Un ejemplo de un inhibidor de ureasa efectivo, divulgado en dicha patente es triamida trifosfórica de N-(n-butil), el cual será referido en el presente documento como nBTPT. Este compuesto es actualmente el precursor para el compuesto activo de triamida fosfórica de N-(n-butil) (nBTPT), obtenido a través de la oxidación del tio-compuesto, pero es el tio-compuesto más comúnmente producido, vendido y utilizado. A lo largo de esta descripción, cuando se refiera a inhibidores de ureasa del tipo triamida fosfórica, se entiende que este comprende todos los compuestos activos, precursores activos y productos de conversión activa, que resultan de dichas triamidas fosfóricas.

Las triamidas fosfóricas pueden también prevenir la escisión enzimática de urea en desechos animales, disminuyendo de esta forma los olores. De forma similar, los inhibidores de ureasa pueden enmascarar el olor de la orina animal, disuadiendo así los animales de comportamiento territorial indeseado, incluyendo marcado territorial con orina.

El nBTPT de grado industrial, es un compuesto sólido ceroso, el cual tiene un punto de fusión de aproximadamente 58 a 60 °C, y el cual comienza a descomponerse en contacto con la humedad y a temperaturas elevadas, el particular por encima de 60 °C. La aplicación directa sobre partículas de urea es muy difícil. Así, lo que se necesita es un sistema solvente, en el cual el nBTPT es suficientemente soluble y estable, el cual tiene una alta resistencia contra cristalización del nBTPT a una baja temperatura, una baja viscosidad a altas concentraciones de nBTPT, una baja toxicidad, una baja volatilidad, un bajo olor, una baja inflamabilidad, carece de la adición de compuestos auxiliares tóxicos y el cual se pueda producir a un bajo coste.

Una gran cantidad de I&D, reflejado en un gran número de solicitudes de patente, se ha desarrollado desde entonces para identificar solventes adecuados, sistemas de solvente, o composiciones de sistemas de solvente que comprenden aditivos, para conferir las propiedades requeridas a la composición líquida que comprende triamidas fosfóricas, en particular nBTPT, en particular una alta solubilidad y estabilidad de las triamidas fosfóricas, en particular nBTPT, en el sistema de solvente, una alta resistencia de la solución de triamidas fosfóricas, en particular nBTPT, contra cristalización a una baja temperatura, una baja viscosidad a altas concentraciones de las triamidas fosfóricas, en particular nBTPT, una baja volatilidad, un bajo olor, una baja inflamabilidad, y la cual pueda ser producida a un bajo coste.

65

Los documentos EP 0 869 933 A1 y WO 97/22568 (IMC-AGRICO Company, 1997) divulgan una solución que consiste en el 25 % en peso de ingrediente activo de nBTPT (adicionado usando nBTPT de grado industrial, el cual contenía aproximadamente 89 % del ingrediente activo de nBTPT) en un solvente seleccionado del grupo de glicoles y derivados de glicol, en particular propilenglicol (propaan-1,2-diol). No se divulga ningún detalle con respecto a los particulares del método de añadir nBTPT en el solvente.

El documento US2014/0090432 (McKnight y col., 2014) divulga formulaciones líquidas de entrada mejoradas de inhibidores de ureasa y/o inhibidores de nitrificación, diseñados para aplicarse a urea, que comprenden mezclas de solventes apróticos, tal como DMSO y solventes próticos, tal como alcoholes/poliolios.

Los documentos US2015/0143860 A1 y WO2015161195A1 (McKnight y col., 2015) divulgan formulaciones líquidas mejoradas de entrega de inhibidores de ureasa y/o inhibidores de nitrificación, diseñados para aplicarse a urea, que comprenden mezclas de solventes apróticos, tal como DMSO, e en alcanolamina y/o lactato de etilo, propilo, o butilo. El ejemplo 18 divulga que una solución de nBTPT en propilenglicol, producida al disolver 20 % en peso de nBTPT en propilenglicol tibio a 38 °C, seguido por enfriamiento a 30 °C, no tuvo un punto de enfriamiento lo suficientemente bajo [7,78 °C (46 °F)] para ser adecuado como una formulación líquida de entrega.

Los inventores ahora han encontrado que una composición líquida, que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, se puede preparar con el método de acuerdo con la invención, que resulta en una composición estable en donde la triamida fosfórica, en particular nBTPT, tiene una alta solubilidad y estabilidad, la cual tiene una alta resistencia contra la cristalización de la triamida fosfórica, en particular nBTPT, a una baja temperatura, una baja viscosidad a altas concentraciones de la triamida fosfórica, en particular nBTPT, una baja volatilidad, un bajo olor, una baja flamabilidad, carece de la adición de compuestos auxiliares tóxicos, y la cual puede ser producida a un bajo coste.

En particular, la composición líquida, que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica está libre de sulfóxido de dimetilo (DMSO).

Los anteriores ejemplos de la técnica relacionada y las limitaciones relacionadas con los mismos pretenden ser ilustrativos y no exclusivos. Otras limitaciones de la técnica relacionada se volverán evidentes para los expertos en la materia al hacer una lectura de la descripción y un estudio de los dibujos y figuras.

Resumen

Las siguientes realizaciones y aspectos de las mismas se describen y se ilustran en conjunto con los sistemas, herramientas y métodos los cuales pretenden ser a modo de ejemplo e ilustrativos, y no limitantes del alcance. En varias realizaciones, uno o más de los problemas anteriormente descritos se han reducido o eliminado, mientras que otras realizaciones están dirigidas a otras mejoras.

Brevemente, por lo tanto, un aspecto de la presente invención abarca un método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, en donde el método comprende el paso de calentar una cantidad de dicho solvente orgánico del tipo glicol a una primera temperatura por lo menos encima de 20 °C pero debajo de la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y posteriormente añadir una cantidad de inhibidor de ureasa sólida del tipo triamida fosfórica en dicha cantidad de solvente orgánico del tipo glicol a una segunda temperatura la cual es máximo aproximadamente igual a la primera temperatura, en donde el método comprende el paso adicional de mantener la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, a una tercera temperatura, dicha temperatura es igual o mayor a la primera temperatura, preferiblemente en el intervalo de 60 a 80 °C.

El método puede comprender adicionalmente el paso de someter la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, a un tratamiento ultrasónico.

Otro aspecto de la invención suministra una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, que tiene una temperatura de cristalización del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica en dicho solvente orgánico del tipo glicol de menos de 0 °C, en particular menos de -2 °C, preferiblemente menos de -4 °C, más preferiblemente menos de -6 °C, y más preferiblemente menos de -8 °C.

Otro aspecto de la invención suministra una composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol (PG), en particular propaan-1,2-diol, como solvente y 10 a 20 % en peso de triamida tiosfosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), en particular 15 a 18 % en peso, más particular aproximadamente 17,5 % en peso, con relación al peso total de la solución líquida.

Otro aspecto de la invención suministra una composición que consiste esencialmente en éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE), o combinaciones de los mismos, opcionalmente que además incluye propilenglicol (PG), como solvente y 10 a 40 % en peso de triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), en particular 15 a 30 % en peso, más particularmente aproximadamente 25 % en peso, con relación al peso total de la solución líquida.

Un aspecto adicional de la presente invención suministra una composición particulada sólida a base de urea, que comprende un componente particulado sólido a base de urea y la composición líquida de acuerdo con la invención, en donde dicha composición líquida forma por lo menos parcialmente un recubrimiento en al menos parte de las partículas que comprenden el compuesto a base de urea.

Un aspecto adicional de la presente invención suministra una composición particulada sólida a base de urea, que comprende un compuesto particulado sólido a base de urea y la composición líquida de acuerdo con la invención, en donde dicha composición líquida se incorpora dentro de al menos parte de las partículas que comprenden el compuesto a base de urea.

Un aspecto adicional de la presente invención suministra una composición líquida a base de urea, que comprende un compuesto disuelto a base de urea y la composición líquida de acuerdo con la invención, en donde dicha composición líquida de acuerdo con la invención se mezcla estrechamente con el compuesto a base de urea disuelto en un sistema de solvente.

Un aspecto adicional de la presente invención suministra el uso de la composición particulada sólida o líquida a base de urea de acuerdo con la invención como fertilizante que contiene urea.

Otras características e iteraciones de la invención se describen en mayor detalle a continuación.

Descripción detallada

En el presente documento se divulgan métodos para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica. La presente invención también suministra composiciones líquidas que consisten esencialmente en propilenglicol (PG), éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE), o combinaciones de los mismos, como solvente y triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT). En particular, las composiciones líquidas comprenden una cantidad efectiva de inhibidor de ureasa de al menos una triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), de modo que la tasa de volatilización de urea en un fertilizante que contiene urea se retrasa o se retarda por lo menos sustancialmente.

Realizaciones y características adicionales se definen en parte en la descripción a continuación, y en parte serán evidentes para los expertos en la materia al examinar la descripción, o se puede aprender mediante la práctica de las realizaciones discutidas en el presente documento. Un entendimiento adicional de la naturaleza y las ventajas de ciertas realizaciones se puede realizar por referencia a las porciones restantes de la descripción, las figuras, las estructuras químicas, y las descripciones, las cuales forman parte de esta invención. Cualquier descripción de cualquier grupo R o sustituyente químico, solo o en cualquier combinación, puede ser usada en cualquier fórmula química descrita en el presente documento, y las fórmulas químicas incluyen todas conformaciones y estereoisómeros, incluyendo diastereómeros, epímeros, y enantiómeros. Además, cualquier característica de una composición divulgada en el presente documento puede ser utilizada en combinación con cualquier otra característica de una composición divulgada en el presente documento.

En su sentido más amplio, la presente invención abarca un método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en donde el método comprende el paso de calentar una cantidad de dicho solvente orgánico del tipo glicol a una primera temperatura por lo menos mayor a 20 °C pero debajo de la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y posteriormente añadir una cantidad de inhibidor sólido de ureasa del tipo triamida fosfórica en dicha cantidad de solvente orgánico del tipo glicol a una segunda temperatura la cual es máximo aproximadamente igual a la primera temperatura, en donde el método comprende el paso adicional de mantener la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, a una tercera temperatura, dicha temperatura es igual o mayor a la primera temperatura, preferiblemente en el intervalo de 60 a 80 °C.

Sorprendentemente, los inventores han encontrado que una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica como se reivindica, sin la adición de cantidades sustanciales de solventes adicionales (clasificados GHS) o aditivos (clasificados GHS), ofrece una alta solubilidad y estabilidad del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, en el solvente, resistencia de la solución líquida contra cristalización del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, a una baja temperatura, baja viscosidad a las concentraciones reivindicadas, baja toxicidad, baja volatilidad, bajo olor y baja flamabilidad, y puede ser producida a un bajo coste.

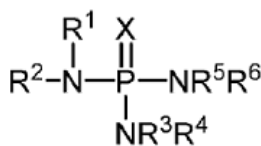
Sin querer atarse por la teoría, se crea una hipótesis en que la adición de un inhibidor sólido de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, a un sistema solvente líquido tibio, calentado a una temperatura de por lo menos encima de 20 °C, y mantenido a una tercera temperatura, igual o mayor a la primera temperatura, preferiblemente en el intervalo de 60 a 80 °C, efectivamente disuelve el inhibidor de ureasa y evita o elimina los flóculos (compuesto sólido sin disolver, mayormente no visible al ojo) que puede actuar como núcleo de cristalización para iniciar la cristalización con el enfriamiento a por debajo de la temperatura de cristalización, y que puede asentarse con el tiempo, durante el almacenamiento, llevando a soluciones heterogéneas y problemas de manejo. En contraste, la adición de triamida fosfórica líquida, en particular nBTPT a un sistema solvente, bien sea a temperatura ambiente o mayor, no suministró la composición estable de acuerdo con la invención, ni tampoco lo hizo la adición de triamida fosfórica sólida, en particular nBTPT, a un sistema solvente a temperatura ambiente.

En el contexto de la invención, "mantener", en particular la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, significa que dicha composición líquida es mantenida en un estado homogéneo.

El método de acuerdo con la invención, así como la composición líquida producida con el mismo no comprende ninguna otra sustancia diferente a un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, en particular no comprende DMSO. La expresión "que consiste esencialmente en" se debe interpretar como que consiste en 98 % en peso o más, tal como 98 % en peso, 99 % en peso, 99,5 % en peso o 99,75 % en peso de dichos tres componentes enunciados, el resto son impurezas o compuestos que no pretenden realizar ninguna función en el método o composición líquida de acuerdo con la invención, tal como tensoactivos, agentes de disolución, componentes nutrientes y similares, y los cuales pueden añadir una carga de elemento tóxico a la composición.

(a) Inhibidor de ureasa

Otro aspecto de la invención suministra un método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en donde el inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica es un compuesto de fórmula (I):



(I)

en donde:

X es oxígeno o azufre;
 R¹ se selecciona del grupo que consiste en alquilo, cicloalqueno, aralquilo, arilo, alqueno, alquino, y cicloalquilo; y
 R² se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo, cicloalqueno, aralquilo, arilo, alqueno, alquino, y cicloalquilo, o
 R¹ y R² juntos pueden formar una cadena de alqueno o alqueno la cual puede opcionalmente incluir uno o más heteroátomos de oxígeno divalente, nitrógeno o azufre, que comprende una estructura de anillo con 4, 5, 6, 7, u 8 miembros; y
 R³, R⁴, R⁵ y R⁶ se seleccionan individualmente del grupo que consiste en hidrógeno y alquilo que tiene 1 a 6 átomos de carbono, y
 R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶, cuando no es hidrógeno, pueden cada uno ser opcionalmente sustituido con uno o más seleccionados del grupo que consiste en trihalometilo, naftoxi, alquilo, halógeno, arilmercapto, fenoxi, fenilo, nitro, ciano, amino, alquilamino, dialquilamino, alcoxi, mercapto, alquilmercapto, alquilcarbonilo, arilamino, arilcarbonilo, alcocarbonilo, carboxi, diarilamino, y carbonamida.

En algunas realizaciones X puede ser azufre.

En otras realizaciones, R¹ puede ser alquilo, cicloalquilo, arilo, o arilo sustituido. La sustitución se puede seleccionar del grupo que consiste en alquilo C₁-C₄, butilo, ciclohexilo, fenilo, y nitrofenilo.

En algunas realizaciones, R¹ puede ser alquilo.

En aún otras realizaciones R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶ pueden ser cada uno hidrógeno.

En realizaciones particulares, X puede ser azufre, R¹ puede ser alquilo, y R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶ pueden ser cada uno hidrógeno.

En realizaciones adicionales, la triamida fosfórica que comprende la Fórmula (I) se puede seleccionar del grupo que consiste en triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), triamida tiofosfórica de N-ciclohexilo, y triamida fosfórica de N-(2-nitrofenilo).

5 En realizaciones particulares, la triamida fosfórica puede ser triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT).

La cantidad de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, en el método de acuerdo con la invención puede variar, dependiendo de la aplicación. En general, el porcentaje en peso de nBTPT a la composición total puede variar de 1 a 45 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida.

10 En una realización específica del método de acuerdo con la invención, el porcentaje en peso de nBTPT a la composición total puede variar de 10 % en peso a 20 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida. En varias realizaciones, el porcentaje en peso de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT a la composición total puede ser aproximadamente 10 % en peso, aproximadamente 11 % en peso, aproximadamente 12 % en peso, aproximadamente 13 % en peso, aproximadamente 14 % en peso, aproximadamente 15 % en peso, aproximadamente 16 % en peso, aproximadamente 17 % en peso, aproximadamente 18 % en peso, aproximadamente 19 % en peso, o aproximadamente 20 % en peso, con relación al peso total de la composición líquida.

20 En una realización del método de acuerdo con la invención, el porcentaje en peso de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT en la composición total puede ser mayor a 10 % en peso. Una concentración menor a 10 % en peso no suministra los beneficios requeridos. Por ejemplo, una dilución de la composición de acuerdo con la invención a menos de 10 % en peso aumenta el coste por unidad de ingrediente activo y también aumenta el coste de transporte, sin una ventaja tal como una menor temperatura de cristalización.

25 En una realización del método de acuerdo con la invención, el porcentaje en peso de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT en la composición total puede ser menor a 20 % en peso. Una concentración mayor a 20 % en peso no añade beneficios extra. Por ejemplo, una composición más concentrada la hace más económica por unidad de volumen, pero la composición se cristaliza más fácilmente, haciéndola menos útil en áreas donde se almacena a baja temperatura.

30 En realizaciones a modo de ejemplo del método de acuerdo con la invención, el porcentaje en peso de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT en la composición total puede variar de aproximadamente 15 % en peso a aproximadamente 20 % en peso.

35 En otras realizaciones a modo de ejemplo del método de acuerdo con la invención, el porcentaje en peso de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, en la composición total puede variar de aproximadamente 16 % en peso a aproximadamente 18 % en peso.

40 En una realización a modo de ejemplo particular del método de acuerdo con la invención, el porcentaje en peso de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, en la composición total puede ser de 17,5 % en peso.

45 Existen soluciones comerciales de la técnica anterior que son, por ejemplo, Agrotain® Ultra (Koch, US), N Yield™ (Eco Agro, USA), Rhodia Ag-Rho™ N Protect B (Solvay, Alemania), Iper N-Protect Líquida (Van Iperen, Holanda) y BASF Limus (BASF, Alemania), las cuales todas comprenden una cantidad mayor de nBTPT, normalmente 20 % en peso o más, tal como 25 % en peso, opcionalmente con solventes o aditivos adicionales.

50 Con el método de acuerdo con la invención, se fabrica una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, la cual, aplicada a una composición mezclada sólida particulada a base de urea que comprende una composición a base de sulfato de amonio de urea en forma particulada que comprende sulfato de amonio de urea, en combinación con un estabilizador, seleccionado del grupo de compuestos inorgánicos u orgánicos alcalinos o que forman alcalinos que son capaces de interactuar con sulfato de amonio, es capaz de suministrar tanto nBTPT en el campo como dichas soluciones comerciales de la técnica anterior, los cuales comprenden una cantidad mayor de nBTPT. Este descubrimiento se divulga en una solicitud pendiente del solicitante.

60 Con el método de acuerdo con la invención, se fabrica una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, la cual, aplicada a una composición mezclada sólida particulada y a base de urea que comprende un compuesto a base de urea en forma particulada, uno o más componentes seleccionados del grupo de nitratos, fosfatos, sulfatos y cloruros en forma particulada, en combinación con uno o más compuestos inorgánicos u orgánicos alcalinos o que forman alcalino que es capaz de interactuar con el uno o más componentes seleccionados del grupo de nitratos, fosfatos, sulfatos y cloruros en forma particulada, es capaz de suministrar tanto nBTPT en el campo como dichas soluciones comerciales de la técnica anterior las cuales comprenden una mayor cantidad de nBTPT. Este descubrimiento se divulga en una solicitud pendiente del solicitante.

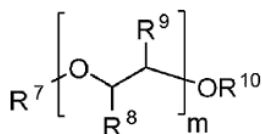
La composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica se puede producir con el método de acuerdo con la invención a un menor coste que las composiciones de la técnica anterior e introduce menos productos no fertilizantes al ambiente, cuando se usa en combinación con un fertilizante a base de urea. Además, no se necesitan químicos adicionales, mientras que algunos pueden ser tóxicos para el ambiente o para el granjero cuando maneja el producto, tal como NMP, DMSO, y similares, y se introducen menos compuestos volátiles al ambiente. La composición reivindicada de acuerdo con la invención ofrece un producto que es seguro para el usuario, así como para el ambiente.

En realizaciones a modo de ejemplo, el inhibidor de ureasa es utilizado en su forma sólida como un polvo, preferiblemente con una pureza de 97 %, o 99 %, o más. Este está disponible, por ejemplo, de Shangyu Sunfit Chemical Co. Ltd (Shangyu Fine Chemical Industry Zone, China). Dentro del ámbito de esta invención, la cantidad de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, se refiere a la cantidad de compuesto activo, excluyendo cantidades de impurezas.

(b) Solvente orgánico

En el método o la composición líquida de acuerdo con la invención, el por lo menos un solvente orgánico es del tipo glicol. De acuerdo con su definición más amplia, los dioles son compuestos en los cuales están presentes dos grupos hidroxilo en diferentes átomos de carbono, usualmente pero no necesariamente adyacentes.

En una realización, el solvente orgánico del tipo glicol es un compuesto de fórmula (II)



(II)

en donde

R^7 es hidrógeno o alquilo;

R^8 es hidrógeno o alquilo;

R^9 es hidrógeno, =O, o alquilo;

R^{10} es hidrógeno, alquilo, o acilo; y

m es 1 a 4;

en donde R^7 y R^8 , o R^7 y R^{10} juntos forman un anillo que comprende uno o más átomos de oxígeno.

En algunas realizaciones, R^7 puede ser hidrógeno.

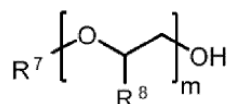
En otras realizaciones, R^8 puede ser metilo.

En aún otras realizaciones, m puede ser 1.

En realizaciones particulares, R^7 puede ser hidrogeno, R^8 puede ser metilo, y m puede ser 1.

En aún otras realizaciones, R^7 puede ser butilo, R^8 puede ser hidrógeno, y m puede ser 1.

En algunas realizaciones, el solvente orgánico del tipo glicol es un compuesto de fórmula (III)



(III)

en donde:

R^7 es hidrógeno o alquilo;

R^8 es hidrógeno o alquilo; y

m es 1 a 4.

En algunas realizaciones, R^7 puede ser hidrógeno.

En otras realizaciones, R^8 puede ser metilo.

En aún otras realizaciones, m puede ser 1.

En realizaciones particulares, R⁷ puede ser hidrógeno, R⁸ puede ser metilo, y m puede ser 1.

- 5 En aún otras realizaciones, R⁷ puede ser butilo, R⁸ puede ser hidrógeno, y m puede ser 1.

Los glicoles adecuados incluyen glicoles de alquileo, tal como 1,2-etanodiol (etilenglicol), 1,2-propanodiol (propilenglicol), 1,3-propanodiol, 1,2-butanodiol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, y 1,5-pentanodiol.

- 10 Para el propósito de esta solicitud, también los glicoles de polialquileo, tal como polietilenglicol, por ejemplo, di(etilenglicol), tri(etilenglicol), tetra(etilenglicol), y hexa(etilenglicol); o propilenglicol, por ejemplo, di(propilenglicol), tri(propilenglicol), y tetra (propilenglicol) serán referidos como glicoles. Opcionalmente, el glicol puede comprender un grupo alcóxilo terminal, tal como metoxi, etoxi, propoxi, o butoxi.

- 15 En realizaciones particulares, el solvente orgánico del tipo glicol puede ser propilenglicol, éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE), o combinaciones de los mismos.

En realizaciones a modo de ejemplo, el solvente orgánico del tipo glicol puede ser propilenglicol.

- 20 La cantidad de glicol en el método de acuerdo con la invención, puede variar. En general, el porcentaje en peso de glicol a la composición total puede variar de 55 a 99 % en peso. En varias realizaciones, el porcentaje en peso de glicol a la composición total puede ser aproximadamente 80 % en peso, aproximadamente 81 % en peso, aproximadamente 82 % en peso, aproximadamente 83 % en peso, aproximadamente 84 % en peso, aproximadamente 85 % en peso, aproximadamente 86 % en peso, aproximadamente 87 % en peso, aproximadamente 88 % en peso, aproximadamente 89 % en peso o aproximadamente 90 % en peso.

En realizaciones a modo de ejemplo, el porcentaje en peso de glicol en la composición total puede variar de 80 % en peso a aproximadamente 85 % en peso.

- 30 En una realización, el porcentaje en peso de glicol en la composición total es más de aproximadamente 80 % en peso.

En una realización, el porcentaje en peso de glicol en la composición total es menos de aproximadamente 90 % en peso.

- 35 La composición líquida de acuerdo con la invención no debe comprender otros solventes adicionales a los anteriormente descritos.

(c) Temperaturas

- 40 El método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica comprende el paso de calentar una cantidad de dicho solvente orgánico del tipo glicol a una primera temperatura por lo menos por encima de 20 °C pero por debajo de la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica.

- 45 En varias realizaciones, la primera temperatura puede variar de 20 °C a 60 °C.

- 50 En varias realizaciones, la primera temperatura puede ser aproximadamente 20 °C, aproximadamente 21 °C, aproximadamente 22 °C, aproximadamente 23 °C, aproximadamente 24 °C, aproximadamente 25 °C, aproximadamente 26 °C, aproximadamente 27 °C, aproximadamente 28 °C, aproximadamente 29 °C, aproximadamente 30 °C, aproximadamente 31 °C, aproximadamente 32 °C, aproximadamente 33 °C, aproximadamente 34 °C, aproximadamente 35 °C, aproximadamente 36 °C, aproximadamente 37 °C, aproximadamente 38 °C, aproximadamente 39 °C, aproximadamente 40 °C, aproximadamente 41 °C, aproximadamente 42 °C, aproximadamente 43 °C, aproximadamente 44 °C, aproximadamente 45 °C, aproximadamente 46 °C, aproximadamente 47 °C, aproximadamente 48 °C, aproximadamente 49 °C, aproximadamente 50 °C, aproximadamente 51 °C, aproximadamente 52 °C, aproximadamente 53 °C, aproximadamente 54 °C, aproximadamente 55 °C, aproximadamente 56 °C, aproximadamente 57 °C, aproximadamente 58 °C, aproximadamente 59 °C o aproximadamente 60 °C.

- 60 En una realización particular, la primera temperatura es mayor a 35 °C preferiblemente de 35 a 60 °C.

En una realización, la primera temperatura es mayor a 40 °C.

- 65 En una realización, la primera temperatura es menor a la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica. Esta temperatura es necesaria para obtener los beneficios definidos. Además, es obvio que esta temperatura no debe ser mayor a la temperatura de descomposición del inhibidor de ureasa del tipo triamida

fosfórica para evitar la descomposición del compuesto de triamida fosfórica cuando se añade al solvente calentado.

En realizaciones a modo de ejemplo, en particular cuando se utiliza nBTPT en propilenglicol, la primera temperatura puede variar de aproximadamente 35 a 60 °C.

5 El método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica comprende el paso de añadir una cantidad de inhibidor sólido de ureasa del tipo triamida fosfórica en dicha cantidad de solvente orgánico del tipo glicol a una segunda temperatura la cual es máximo aproximadamente igual a la primera temperatura.

10 En varias realizaciones, la segunda temperatura puede variar de 20 °C a 60 °C.

15 En varias realizaciones, la segunda temperatura puede ser aproximadamente 20 °C, aproximadamente 21 °C, aproximadamente 22 °C, aproximadamente 23 °C, aproximadamente 24 °C, aproximadamente 25 °C, aproximadamente 26 °C, aproximadamente 27 °C, aproximadamente 28 °C, aproximadamente 29 °C, aproximadamente 30 °C, aproximadamente 31 °C, aproximadamente 32 °C, aproximadamente 33 °C, aproximadamente 34 °C, aproximadamente 35 °C, aproximadamente 36 °C, aproximadamente

20 37 °C, aproximadamente 38 °C, aproximadamente 39 °C, aproximadamente 40 °C, aproximadamente 41 °C, aproximadamente 42 °C, aproximadamente 43 °C, aproximadamente 44 °C, aproximadamente 45 °C, aproximadamente 46 °C, aproximadamente 47 °C, aproximadamente 48 °C, aproximadamente 49 °C, aproximadamente 50 °C, aproximadamente 51 °C, aproximadamente 52 °C, aproximadamente 53 °C, aproximadamente 54 °C, aproximadamente 55 °C, aproximadamente 56 °C, aproximadamente 57 °C, aproximadamente 58 °C, aproximadamente 59 °C o aproximadamente 60 °C.

25 En una realización, la segunda temperatura es mayor a 35 °C, preferiblemente de 35 a 60 °C.

En una realización, la segunda temperatura es mayor a 40 °C.

30 En una realización, la segunda temperatura es menor a la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica. Esta temperatura es necesaria para obtener los beneficios definidos. Además, es obvio que esta temperatura no debe ser mayor a la temperatura de descomposición del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica para evitar la descomposición del compuesto de triamida fosfórica cuando se añade al solvente calentado.

35 En realizaciones a modo de ejemplo, en particular cuando se utiliza nBTPT en propilenglicol, la segunda temperatura puede variar de aproximadamente 35 a 60 °C.

En una realización, la segunda temperatura es diferente de la primera temperatura.

40 En realizaciones a modo de ejemplo, la segunda temperatura es idéntica a la primera temperatura. Lo último implica que, al añadir la cantidad de inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT al solvente orgánico calentado del tipo glicol, se deben aplicar medidas para nivelar una disminución o un aumento en la temperatura de la mezcla resultante, tal como enfriar o calentar la mezcla resultante.

45 (d) Paso de calentamiento adicional

50 El método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, puede comprender el paso de mantener dicha composición líquida a una tercera temperatura la cual es igual o mayor a la primera temperatura. Se considera que este paso reduce el número de semillas de cristalización y aumenta la estabilidad de cristalización de la composición líquida de acuerdo con la invención.

55 En una realización, la tercera temperatura puede ser mayor a la temperatura de fusión del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica.

La tercera temperatura puede variar de 60 °C a 80 °C.

60 En varias realizaciones, la tercera temperatura puede ser aproximadamente 60 °C, aproximadamente 61 °C, aproximadamente 62 °C, aproximadamente 63 °C, aproximadamente 64 °C, aproximadamente 65 °C, aproximadamente 66 °C, aproximadamente 67 °C, aproximadamente 68 °C, aproximadamente 69 °C, aproximadamente 70 °C, aproximadamente 71 °C, aproximadamente 72 °C, aproximadamente 73 °C, aproximadamente 74 °C, aproximadamente 75 °C, aproximadamente 76 °C, aproximadamente 77 °C, aproximadamente 78 °C, aproximadamente 79 °C o aproximadamente 80 °C.

65 En una realización, la tercera temperatura es diferente de la primera y/o la segunda temperatura.

5 En una realización, el tiempo que la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, se mantiene a la tercera temperatura, varía de unos pocos minutos a 4 horas. A modo de ejemplomente, dicho tiempo puede ser hasta 10 minutos, 20 minutos, 30 minutos, 40 minutos, 50 minutos, 60 minutos, 70 minutos, 80 minutos, 90 minutos, 100 minutos, 110 minutos o 120 minutos.

10 En una realización, la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, se agita mientras se mantiene a la tercera temperatura.

(e) Tratamiento ultrasónico adicional

15 El método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, puede comprender el paso de tratar ultrasónicamente dicha composición líquida. Se considera que este paso reduce el número de semillas de cristalización y aumenta la estabilidad de cristalización de la composición líquida de acuerdo con la invención.

20 Con tratamiento ultrasónico se hace referencia a cualquier tratamiento que es equivalente al tratamiento como se describe en la parte experimental, en particular usando una frecuencia de más de 20 kHz, en particular de 37 kHz y una potencia de entre 0,1 y 10 kW, en particular ente 200 y 1000 W, dependiendo de la escala de la realización.

En una realización, el tratamiento ultrasónico se lleva a cabo a la primera temperatura.

25 En una realización, el tratamiento ultrasónico se lleva a cabo a la segunda temperatura.

En una realización, el tratamiento ultrasónico se lleva a cabo a la tercera temperatura.

30 En una realización, el tratamiento ultrasónico se lleva a cabo a cualquier temperatura ente la primera y la tercera temperatura.

35 En una realización, el tratamiento ultrasónico se lleva a cabo por un tiempo, en un intervalo de unos pocos minutos a 4 horas. A modo de ejemplomente, dicho tiempo puede ser de hasta 10 minutos, 20 minutos, 30 minutos, 40 minutos, 50 minutos, 60 minutos, 70 minutos, 80 minutos, 90 minutos, 100 minutos, 110 minutos o 120 minutos.

En una realización, la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, se agita mientras se somete al tratamiento ultrasónico.

40 El método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, puede comprender los pasos de mantener dicha composición líquida a una tercera temperatura la cual es igual o mayor a la primera temperatura, y tratar ultrasónicamente dicha composición líquida.

45 En realizaciones a modo de ejemplo, el tratamiento ultrasónico se lleva a cabo a 20 °C de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, después de lo cual dicha composición líquida tratada que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte se mantiene a la tercera temperatura.

50 (f) Componentes adicionales

55 En varias realizaciones, el método y la composición líquida resultante de acuerdo con la invención pueden además comprender la adición de un tinte, pigmento, dispersión de pigmento, pigmento de laca, aditivo de color, y similar, denominado en adelante en el presente documento un sistema de tinte. El sistema de tinte puede servir para varios propósitos: para mostrar que el fertilizante que contiene urea se ha cubierto adecuadamente con la composición líquida de acuerdo con la invención, en particular con el inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, para ayudar al usuario a monitorear la aplicación del fertilizante que contiene urea al campo, en la cadena de manejo para ayudar a diferenciar el fertilizante que contiene urea tratado del no tratado, y para soportar la marca de productos comercialmente disponibles.

60 De acuerdo con una realización, el método de acuerdo con la invención además comprende un paso en donde una cantidad de un sistema de tinte se añade a la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica a una cuarta temperatura.

65 El paso de añadir un tinte puede llevarse a cabo antes o después de la adición del inhibidor de ureasa del tipo

triamida fosfórica al solvente orgánico del tipo glicol, o antes o después del paso de calentamiento adicional o de tratamiento ultrasónico.

5 En algunas realizaciones, el sistema de tinte puede ser una tinta grado industrial o grado Alimento, Fármaco y Cosmético (FD&C).

10 En realizaciones preferidas, el sistema de tinte es compatible con la composición a la cual se añade, en el sentido que el sistema de tinte no interactúa con los componentes de la composición, no degrada ni ayuda a la degradación del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, no deteriora ninguna de las propiedades de la composición a la cual se añade, en particular la estabilidad de la composición a la cual se añade.

15 En realizaciones a modo de ejemplo, el sistema de tinte puede ser una tinta a base de agua, que comprende un compuesto de tinte activo y agua. Sorprendentemente, se ha mostrado que la pequeña cantidad de dicha solución acusa no tuvo ninguna influencia perjudicial sobre la composición a la cual se adicionó.

20 En realizaciones a modo de ejemplo, el sistema de tinte puede ser un sistema de tinte que es soluble en el solvente del tipo glicol. Sorprendentemente, se ha mostrado que la pequeña cantidad de dicha solución acuosa no tuvo ninguna influencia perjudicial sobre la composición a la cual se adicionó. Sin desear atarse por la teoría, se define una hipótesis que la adición de un sistema de tinte soluble en glicol no añade núcleos de cristalización a la composición de acuerdo con la invención, de modo que se puede obtener una temperatura de cristalización baja del inhibidor de ureasa.

25 La cantidad de sistema de tinte en la composición líquida puede variar. En general, el porcentaje en peso del sistema de tinte a la composición total puede variar de 0 a 1 % en peso.

30 En varias realizaciones, el porcentaje en peso del sistema de tinte a la composición total puede ser aproximadamente 0,05 % en peso, 0,1 % en peso, 0,15 % en peso, 0,204 % en peso, 0,25 % en peso, 0,30 % en peso, 0,35 % en peso, 0,40 % en peso, 0,45 % en peso, 0,50 % en peso, 0,55 % en peso, 0,606 % en peso, 0,65 % en peso, 0,70 % en peso, 0,75 % en peso, 0,80 % en peso, 0,85 % en peso, 0,90 % en peso, 0,95 % en peso o 1 % en peso.

En realizaciones a modo de ejemplo, el porcentaje en peso del sistema de tinte en la composición total puede variar de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,5 % en peso, en particular 0,25 % en peso.

35 En una realización, el porcentaje en peso del sistema de tinte en la composición total es mayor a aproximadamente 0,01 % en peso.

40 En una realización, el porcentaje en peso del sistema de tinte en la composición total es menor a aproximadamente 1 % en peso.

En una realización, la cuarta temperatura es por lo menos 20 °C.

En varias realizaciones, la cuarta temperatura puede variar de 20 °C a 60 °C.

45 En varias realizaciones, la cuarta temperatura puede ser aproximadamente 20 °C, aproximadamente 21 °C, aproximadamente 22 °C, aproximadamente 23 °C, aproximadamente 24 °C, aproximadamente 25 °C, aproximadamente 26 °C, aproximadamente 27 °C, aproximadamente 28 °C, aproximadamente 29 °C, aproximadamente 30 °C, aproximadamente 31 °C, aproximadamente 32 °C, aproximadamente 33 °C, aproximadamente 34 °C, aproximadamente 35 °C, aproximadamente 36 °C, aproximadamente 37 °C, aproximadamente 38 °C, aproximadamente 39 °C, aproximadamente 40 °C, aproximadamente 41 °C, aproximadamente 42 °C, aproximadamente 43 °C, aproximadamente 44 °C, aproximadamente 45 °C, aproximadamente 46 °C, aproximadamente 47 °C, aproximadamente 48 °C, aproximadamente 49 °C, aproximadamente 50 °C, aproximadamente 51 °C, aproximadamente 52 °C, aproximadamente 53 °C, aproximadamente 54 °C, aproximadamente 55 °C, aproximadamente 56 °C, aproximadamente 57 °C, aproximadamente 58 °C, aproximadamente 59 °C o aproximadamente 60 °C.

60 En una realización, la cuarta temperatura es menor a la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica. Esta temperatura es necesaria para no degradar dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, con la adición de dicho compuesto al solvente orgánico del tipo glicol calentado.

En realizaciones a modo de ejemplo, en particular cuando se utiliza nBTPT, la cuarta temperatura es 20 °C.

En una realización, la cuarta temperatura es diferente de la segunda temperatura.

65 En realizaciones a modo de ejemplo, la cuarta temperatura es idéntica a la segunda temperatura. Esto implica que, con la adición de la cantidad de sistema de tinte a la mezcla calentada de solvente orgánico del tipo glicol y el

inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, se pueden aplicar medidas para nivelar una disminución o un aumento en la temperatura de la mezcla resultante, tal como enfriar o calentar la mezcla resultante.

(g) Formación de la Composición

5 La composición de acuerdo con la invención se puede formar al añadir los componentes en el orden como se especifica:

- 10 - en un primer paso, una cantidad de dicho solvente orgánico del tipo glicol se calienta a una primera temperatura por lo menos por encima de 20 °C pero por debajo de la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica;
- en un segundo paso posterior, una cantidad de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica se añade (con lo cual se empieza a disolver) en dicha cantidad de solvente orgánico del tipo glicol a una segunda temperatura la cual es máximo aproximadamente igual a la primera temperatura;
- 15 - en un tercer paso posterior, la composición líquida, obtenida después del segundo paso, es tratada ultrasónicamente;
- en un cuarto paso posterior, la composición líquida, obtenida después del segundo paso, se mantiene a una tercera temperatura, preferiblemente entre 60 y 80 °C;
- 20 - opcionalmente, una cantidad de un sistema de tinte se añade a la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica a una cuarta temperatura.

El tercer y cuarto paso se pueden intercambiar.

25 De acuerdo con una realización a modo de ejemplo, el método de acuerdo con la invención comprende los pasos de:

- calentar una cantidad de propilenglicol de 35 a 50 °C;
- 30 - añadir 10 a 25 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida, de triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT) en dicho propilenglicol;
- aplicar un tratamiento ultrasónico durante 15 minutos;
- mantener dicha composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol y nBTPT de 60 a 80 °C, por ejemplo, durante aproximadamente 120 minutos; y
- 35 - opcionalmente, añadir 0,25 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida, de un sistema de tinte a dicha composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol y nBTPT al menos a 20 °C.

40 El mezclado puede ocurrir, por ejemplo, al agitar, mezclar, batir, o girar los constituyentes en un dispositivo de mezclado, o bombeando y recirculando el líquido por medio de una bomba, por ejemplo, sobre un intercambiador de calor usado para controlar la temperatura correcta de la mezcla. El mezclado puede ocurrir sobre el curso de unos pocos minutos a varias horas, tal como por la noche. Los tiempos de mezclado a modo de ejemplo son de 2 horas.

(f) Composición líquida

45 La presente invención también suministra una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, obtenida mediante un método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en donde el método comprende los pasos de calentar una cantidad de dicho solvente orgánico del tipo glicol a una primera temperatura por lo menos por encima de 35 °C pero por debajo de la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, posteriormente añadir una cantidad de inhibidor de ureasa sólido del tipo triamida fosfórica en dicha cantidad de solvente orgánico del tipo glicol a una segunda temperatura la cual es máximo aproximadamente igual a la primera temperatura, y posteriormente:

- 55 i) mantener la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, a una tercera temperatura, dicha temperatura es igual o mayor a la primera temperatura, preferiblemente en el intervalo de 60 a 80 °C.

60 La presente invención también suministra una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, que tiene una temperatura de cristalización del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica en dicho solvente orgánico del tipo glicol de menos de 0 °C, en particular menos de -2 °C, preferiblemente menor a -4 °C, más preferiblemente menos de -6 °C, más preferiblemente menos de -8 °C.

65 La presente invención también suministra una composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol (PG), en particular propaan-1,2-diol, como solvente y 10 a 20 % en peso de triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), en particular 15 a 18 % en peso, más particularmente aproximadamente 17,5 % en peso, con relación al

peso total de la solución líquida.

La presente invención también suministra una composición líquida, que consiste esencialmente en éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE), o combinaciones de los mismos, opcionalmente además incluye propilenglicol (PG), como solvente y 10 a 40 % en peso de triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), en particular 15 a 30 % en peso, más particularmente aproximadamente 25 % en peso, con relación al peso total de la solución líquida.

(g) Productos fertilizantes

(g1) Productos fertilizantes sólidos

La presente invención también suministra un método para tratar una composición sólida particulada a base de urea, en particular un fertilizante que contiene urea, que comprende por lo menos un compuesto a base de urea en forma particulada. El método comprende poner en contacto la composición sólida particulada a base de urea con una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, como se obtiene usando el método de acuerdo con la invención, o que es una composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol, éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE), o combinaciones de los mismos como solvente y triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT).

De acuerdo con una realización, la composición líquida forma al menos parcialmente un recubrimiento en al menos parte del compuesto a base de urea en forma particulada.

La composición líquida de acuerdo con la invención puede ser adicionada a cualquier composición sólida particulada a base de urea, tal como un fertilizante que contiene urea. La composición líquida de acuerdo con la invención puede ser adicionada a la composición sólida particulada a base de urea durante o después de la fabricación, usando un mezclador de fertilizante u otro equipo que puede ser usado para enrollar o mezclar la composición que contiene urea con la composición líquida. Un dispositivo giratorio puede girar el fertilizante que contiene urea y permite el contacto uniforme con la composición líquida sin derrames. También se puede utilizar una barrena, tornillo de mezclado y mezcladores de pala. Las superficies internas expuestas del equipo de mezclado pueden estar limpias, secas, y libres de óxido.

De acuerdo con una realización, la composición líquida se incorpora por lo menos en parte del compuesto a base de urea en forma particulada, por ejemplo, como se divulga en US 5353365 (Freeport-McMoRan Resource Partners, 1994).

De acuerdo con una realización, el compuesto sólido particulado a base de urea se selecciona del grupo de urea, sulfato de calcio y urea (UCaS), nitrato de calcio y urea (UCaN), nitrato de magnesio y urea (UMgN), fosfato de calcio y urea (UCaP), fosfato de magnesio y urea (UMgP), superfosfato de urea (USP), nitrato de amonio, calcio y urea (UCAN), sulfato de amonio y urea (UAS), fosfato de amonio y urea (UAP), sales de potasio de urea (UK), fertilizante NPS de compuesto a base de urea, y mezclas de los mismos.

De acuerdo con otra realización, la composición sólida particulada a base de urea es una mezcla física de un compuesto a base de urea en forma particulada, en particular tal como los enunciados anteriormente, y uno o más componentes seleccionados del grupo de nitratos, fosfatos, sulfatos y cloruros en forma particulada, seleccionados del grupo de: nitrato de amonio, nitrato de calcio, nitrato de amonio y calcio, nitrato de sodio, nitrato de sulfato de amonio, nitrato de amonio y potasio, fosfato de amonio, tal como fosfato de mono-amonio (MAP) y fosfato de di-amonio (DAP), bis(dihidrogenortofosfato) de calcio, superfosfato, triple superfosfato, fosfato de roca, sulfato de potasio, sulfato de magnesio y potasio, sulfato de amonio (AS), sulfato de amonio y urea, nitrato de amonio, calcio y urea, sulfato de amonio y urea, cloruro de potasio (MOP), sulfato de potasio (SOP), sales de potasio y urea (UK), fertilizante NPK de compuesto a base de urea, o mezclas de los mismos.

La presente invención también suministra una composición sólida particulada a base de urea, que comprende un compuesto sólido particulado a base de urea y la composición líquida de acuerdo con la invención, en donde la composición líquida forma por lo menos parcialmente un recubrimiento en al menos parte de las partículas que comprenden el compuesto a base de urea.

(g2) Productos fertilizantes líquidos

La presente invención también suministra un método para tratar una composición líquida a base de urea, en particular un fertilizante que contiene urea, que comprende por lo menos un compuesto a base de urea.

El método comprende finalmente poner en contacto la composición líquida a base de urea con una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, en particular nBTPT, como se obtiene usando el método de acuerdo con la invención, o que es una

composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol, éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE), o combinaciones de los mismos como solvente y triamida tiosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT).

- 5 De acuerdo con una realización, la composición líquida se mezcla íntimamente con la composición a base de urea disuelta en un solvente, preferiblemente en agua, y usando un aparato de mezclado común.

De acuerdo con una realización, la composición líquida a base de urea es una composición acuosa.

- 10 De acuerdo con una realización, la composición líquida a base de urea se obtiene como composición líquida de compuestos a base de urea, tal como nitrato de amonio y urea (UAN) o nitrato de calcio y urea (UCaN), los cuales son usualmente insuficientemente estables en forma sólida, o al disolver un compuesto sólido particulado a base de urea en un solvente adecuado, preferiblemente agua.

- 15 De acuerdo con una realización, el compuesto sólido particulado a base de urea que va a ser disuelto para obtener la composición líquida a base de urea, se selecciona del grupo de urea, sulfato de calcio y urea (UCaS), nitrato de calcio y urea (UCaN), nitrato de magnesio y urea (UMgN), fosfato de calcio y urea (UCaP), fosfato de magnesio y urea (UMgP), superfosfato de urea (USP), nitrato de amonio, calcio y urea (UCAN), sulfato de amonio y urea (UAS), fosfato de amonio y urea (UAP), sales de potasio y urea (UK), y mezclas de los mismos.

- 20 De acuerdo con otra realización, se pueden disolver compuestos adicionales en la composición líquida a base de urea. Dichos uno o más compuestos se seleccionan del grupo de nitratos, fosfato, sulfato y cloruros en forma particulada, seleccionados del grupo de: nitrato de amonio, nitrato de calcio, nitrato de amonio y calcio, nitrato de sodio, nitrato de sulfato de amonio, nitrato de amonio y potasio, fosfato de amonio, tal como fosfato de mono-amonio (MAP) y fosfato de di-amonio (DAP), bis(dihidrogenortofosfato) de calcio), superfosfato, triple superfosfato, fosfato de roca, sulfato de potasio, sulfato de magnesio y potasio, sulfato de amonio (AS), sulfato de amonio y urea, nitrato de amonio, calcio y urea, sulfato de amonio y urea, cloruro de potasio (MOP), sulfato de potasio (SOP), sales de potasio y urea (UK), fertilizante NPK de compuesto a base de urea, o mezclas de los mismos.

- 30 Preferiblemente, el compuesto a base de urea disuelto se selecciona del grupo de urea, nitrato de amonio y urea (UAN), nitrato de calcio y urea (UCaN) o mezclas de los mismos.

(h) Aplicación

- 35 La composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica puede ser utilizada en un fertilizante que contiene urea, bien sea en la forma de un líquido o un sólido. La composición que contiene urea para uso como fertilizante puede ser esparcida a lo largo de la parte superior del suelo usando un camión aspersor o un camión de flujo de aire. El fertilizante que contiene urea que contiene la composición líquida puede ser utilizado para cualquier planta que consume nitrógeno, por ejemplo,
- 40 cultivos en hileras, cultivos especiales, pastos, granjas de césped, césped, ornamentales, y otras plantas de paisaje o de vivero. La composición líquida puede ser utilizada con fertilizantes que contienen urea aplicados a la superficie durante la pre-plantación, pre-emergencia, ampliación lateral, ampliación superior, difusión, u otras aplicaciones de post-plantado. Sin desear ligarse por la teoría, la composición líquida retarda de forma beneficiosa la hidrólisis de la urea, controla la volatilidad del fertilizante una vez es aplicado, y previene la pérdida de amoníaco mientras la urea
- 45 está sobre la superficie del suelo.

- Un experto en la materia reconocería que la tasa de aplicación de los fertilizantes que contienen urea y las composiciones líquidas se afecta por varios factores ambientales, muchos de los cuales contribuyen a la volatilización del fertilizante. Sin desear ligarse por la teoría, los factores que aumentan la volatilización que deben considerarse cuando se selecciona la tasa adecuada incluyen alta humedad del suelo; condiciones de secado que incluyen humedad baja, sol y viento; altas temperaturas del aire y el suelo; alto pH del suelo; bajo contenido de materia orgánica en el suelo; baja capacidad de intercambio de cationes (CEC) en el suelo; altas cantidades de residuo de cultivo; y la longitud de control necesaria.

- 55 En otras realizaciones, la composición líquida de acuerdo con la invención puede ser adicionada a los fertilizantes y desechos de origen animal, tal como excremento o estiércol, para disminuir la pérdida de nitrógeno y la formación de olores.

- 60 En aún otras realizaciones, la composición líquida también puede ser adicionada en rociadores que enmascaran los olores de orina de animal.

Definiciones

- 65 Los compuestos descritos en el presente documento pueden tener centros asimétricos.

El término "líquido" se refiere a una solución, suspensión, o una emulsión que es fluida bajo condiciones

ambientales. Generalmente, las composiciones líquidas son líquidas (opuesto a sólido) de al menos aproximadamente -20 °C a por lo menos aproximadamente 60 °C, tal como de 0 °C a aproximadamente 40 °C, o de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 30 °C.

5 Los compuestos de la presente invención que contienen un átomo asimétricamente sustituido se pueden aislar en forma ópticamente activa o racémica. Todas las formas quirales, diastereoméricas, racémicas y todas las formas isoméricas geométricas de una estructura están destinadas, a menos que la forma específica de estereoquímica o isomérica se indique de forma específica.

10 El término “acilo”, como se usa en el presente documento solo o como parte de otro grupo, denota la porción formada por la remoción del grupo hidroxilo del grupo COOH de un ácido carboxílico orgánico, por ejemplo, RC(O)-, en donde R es R^a, R^aO-, R^aR^bN-, o R^aS, en donde R^a es hidrocarbilo, hidrocarbilo heterosustituido, o heterociclo, y R^b es hidrógeno, hidrocarbilo, o hidrocarbilo sustituido.

15 El término “alquilo” como se usa en el presente documento describe grupos que son preferiblemente alquilo inferior, que contienen de uno a ocho átomos de carbono en la cadena principal y hasta 20 átomos de carbono. Ellos pueden ser cadenas rectas o ramificadas o cíclicas e incluyen metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, hexilo y similares.

20 El término “alqueno” como se usa en el presente documento describe grupos que son preferiblemente alqueno inferior, que contienen de dos a ocho átomos de carbono en la cadena principal y hasta 20 átomos de carbono. Ellos pueden ser cadenas rectas o ramificadas o cíclicas e incluyen etenilo, propenilo, isopropenilo, butenilo, isobutenilo, hexenilo, y similares.

25 El término “alquino” como se usa en el presente documento describe grupos que son preferiblemente alquino inferior que contiene de dos a ocho átomos de carbono en la cadena principal y hasta 20 átomos de carbono. Ellos pueden ser cadenas rectas o ramificadas e incluyen etinilo, propinilo, butinilo, isobutinilo, hexinilo, y similares.

30 El término “aromático” como se usa en el presente documento solo o como parte de otro grupo denota anillo o sistema de anillo plano conjugado homo o heterocíclico opcionalmente sustituido que comprende electrones deslocalizados. Estos grupos aromáticos son preferiblemente grupos monocíclicos (por ejemplo, furano o benceno), bicíclicos, o tricíclicos que contienen de 5 a 14 átomos en la porción de anillo. El término “aromático” abarca los grupos “arilo” definidos a continuación.

35 El término “arilo” o “Ar” como se usa en el presente documento solo o como parte de otro grupo denota grupos aromáticos homocíclicos opcionalmente sustituidos, preferiblemente grupos monocíclicos o bicíclicos que contienen de 6 a 10 carbonos en la porción de anillo, tal como fenilo, bifenilo, naftilo, fenilo sustituido, bifenilo sustituido, o naftilo sustituido.

40 Los términos “halógeno” o “halo” como se usan en el presente documento solos o como parte de otro grupo se refieren a cloro, bromo, flúor, y yodo.

El término “heteroátomo” se refiere a átomos diferentes de carbono e hidrógeno.

45 Los términos “heterociclo” o “heterocíclico” como se usa en el presente documento solos o como parte de otro grupo denotan grupos aromáticos o no aromáticos, monocíclicos o bicíclicos, completamente saturados o insaturados, opcionalmente sustituidos que tienen por lo menos un heteroátomo en al menos un anillo, y preferiblemente 5 o 6 átomos en cada anillo. El grupo heterocíclico preferiblemente tiene 1 o 2 átomos de oxígeno y/o 1 a 4 átomos de nitrógeno en el anillo, y se une al resto de la molécula a través de un carbono o heteroátomo.

50 Cuando se introducen los elementos de la presente invención o las realizaciones de los mismos, los artículos “un”, “uno”, “el” y “dicho” pretenden significar que hay uno o más de los elementos. Los términos “que comprende”, “que incluye”, y “que tiene” pretenden ser inclusive y significan que puede haber elementos adicionales diferentes a los elementos enunciados.

55 Habiendo descrito la invención en detalle, será evidente que modificaciones y variaciones son posibles sin salirse del alcance de la invención definida en las reivindicaciones adjuntas.

Ejemplos

60 Los siguientes ejemplos se incluyen para demostrar ciertas realizaciones de la invención. Se deberá apreciar por el experto en la materia que las técnicas divulgadas en los ejemplos representan técnicas descritas por los inventores para funcionar bien en la práctica de la invención. El experto deberá, sin embargo, en luz de la presente invención, apreciar que se pueden realizar varios cambios en las realizaciones específicas que se divulgan y aún así obtener un resultado similar sin salirse del espíritu y el alcance de la invención, por lo tanto, toda la materia definida se debe interpretar como ilustrativa y no en un sentido limitante.

65

Descripción de las Figuras

- Figura 1: Estabilidad de nBTPT en diferentes soluciones nBTPT líquidas diferentes con almacenamiento en recipientes plásticos cerrados a temperatura ambiente (20 °C) después de 135 días de almacenamiento a temperatura ambiente. [**A** = 25 % de nBTPT en PG, **A rojo** = A + Rojo Brillante Duasyn F3B-SF, **A amarillo** = A + Tarzatrina Supra Líquida, **A verde** = A + Verde B Keyacid™, **A azul** = A + Turquesa VI E-VS 300 %, **B** = Agrotain® Ultra, **C** = Rodia Ag-Rho™ N Protect B, **D** = BASF Limus, **E** = N Yield™].
- Figura 2: Estabilidad de nBTPT en diferentes soluciones nBTPT líquidas diferentes con almacenamiento en recipientes plásticos cerrados a 70 °C (envejecimiento forzado) después de 28 días. [**A** = 25 % de nBTPT en PG, **A rojo** = A + Rojo Brillante Duasyn F3B-SF, **A amarillo** = A + Tarzatrina Supra Líquida, **A verde** = A + Verde B Keyacid™, **A azul** = A + Turquesa VI E-VS 300 %, **B** = Agrotain® Ultra, **C** = Rodia Ag-Rho™ N Protect B, **D** = BASF Limus, **E** = N Yield™].
- Figura 3: Estabilidad de nBTPT en diferentes soluciones nBTPT líquidas en urea con almacenamiento en recipientes plásticos cerrados a temperatura ambiente (20 °C) después de 155 días de almacenamiento a temperatura ambiente. [**A** = 25 % de nBTPT en PG en urea, **B** = Agrotain® Ultra en urea, **C** = Rodia Ag-Rho™ N Protect B en urea, **D** = BASF Limus en urea, **E** = N Yield™ en urea, **F** = nBTPT en polvo en urea].
- Figura 4: Estabilidad de nBTPT en diferentes soluciones nBTPT líquidas en urea con almacenamiento en recipientes plásticos cerrados en recipiente Nissen (una sala de almacenamiento en bruto sin acondicionar) después de 80 días. [**A** = 25 % de nBTPT en PG en urea, **A rojo** = A + Rojo Brillante Duasyn F3B-SF, **A amarillo** = A + Tarzatrina Supra Líquida, **A verde** = A + Verde B Keyacid™, **A azul** = A + Turquesa VI E-VS 300 %, **B** = Agrotain® Ultra en urea, **C** = Rodia Ag-Rho™ N Protect B en urea, **D** = BASF Limus en urea, **E** = N Yield™ en urea].
- Figura 5: Estabilidad de nBTPT en diferentes soluciones nBTPT líquidas en urea con almacenamiento en bolsas a temperatura ambiente (20 °C) por 85 días. [**A** = 25 % de nBTPT en PG en urea, **B** = Agrotain® Ultra en urea, **C** = Rodia Ag-Rho™ N Protect B en urea, **D** = BASF Limus en urea, **E** = N Yield™ en urea, **F** = nBTPT en polvo en urea].
- Figura 6: Pérdidas acumuladas de amoníaco volátil (mg N/olla) en suelo Rheinland (pH 6,5) y suelo Palencia (pH 7,5). [**A** = urea, **B** = 400 ppm de nBTPT como 25 % de nBTPT en PG en urea, **C** = 475 ppm de nPPT/nBTPT como BASF Limus en urea, **D** = 400 ppm de nBTPT en polvo en urea].

Mediciones de volatilización

- Se llenaron frascos Erlenmeyer con 300 g de capa superficial de suelo arable y secado con aire, irrigado a un % deseado de su WHC (Capacidad de Mantener Agua), incubado por 6 días antes de la aplicación de los fertilizantes. Los fertilizantes (2,5 – 3,15 mm de tamaño de gránulo) a una concentración de 100 mg N (Nitrógeno)/frasco fueron aplicados sobre la superficie del suelo. Se instalaron trampas de ácido bórico para atrapar el amoníaco volátil del aire por encima de la capa superficial de suelo, y los frascos Erlenmeyer se instalaron en una cámara Phytotron a 25 °C a condiciones aireadas pero no secas. Mediciones:
- Valoración de trampas de ácido bórico 3, 7, 10, y 14 días después de la aplicación del fertilizante;
 - Cálculo de pérdida N acumulativa, y reducción de pérdida N en comparación con urea;
 - pH del suelo al comienzo de la prueba;
 - N mineral (NH₄ y NO₃) y N soluble total al final de la prueba;
 - Urea-N calculado como diferencia entre N total y N mineral.

Experimentos de nBTPT

- Se mezcló nBTPT, como polvo o como formulaciones líquidas, en urea de la siguiente forma: se adicionó nBTPT a urea fundida y posteriormente, esta mezcla fue granulada en un granulador de lecho fluidizado.

Para experimentos a escala de laboratorio, se aplicó nBTPT sobre la urea al añadir 1,2 kg del compuesto a base de urea a un tambor a escala de laboratorio. En un paso siguiente, el material de nBTPT fue adicionado lentamente. Se aplicó un tiempo de residencia de 10 minutos y la velocidad giratoria del tambor fue en consecuencia la misma en cada experimento. Se realizaron experimentos a escala más grande con cantidades de hasta 40 kg de material fertilizante en una mezcladora de concreto.

Las muestras fueron almacenadas bajo varias condiciones, dependiendo del tipo de muestras:

- En bolsas a temperatura ambiente (20 °C) o en un recipiente Nissen (una sala de almacenamiento en bruto sin

acondicionamiento)

- Abiertas al aire en un recipiente Nissen

5 Para algunas muestras, se hizo una prueba de estabilidad acelerada almacenando estas muestras a temperaturas elevadas:

- Horno de contenedor plástico cerrado a 30 °C
- Horno de 30 °C abierto al aire
- 30 °C/60 % RH abierto al aire
- 10 • Contenedor plástico cerrado a 70 °C

Normalmente, se genera un ciclo día/noche en el recipiente Nissen, con fluctuaciones de temperatura entre 0 y 42 °C y fluctuaciones de humedad relativa entre 20 y 90 %, lo cual se puede comparar con el almacenamiento en la vida real en suelos.

15

Determinación de estabilidad de nBTPT

Análisis HPLC de contenido de nBTPT

20 El análisis HPLC de nBTPT se hizo como se describe en el procedimiento CEN 15688-2007.

Productos

25 Se obtuvo triamida tiosfórica de N-(n-butilo) sólido de Sunfit Chemical Co. (China) (CAS-Nr. 94317-64-3), como sólido cristalino blanco con un punto de fusión de 58-60 °C.

Se obtuvo propilenglicol de Amresco (una empresa VWR) (n.º CAS 57-55-6), como líquido viscoso sin color y sin olor con un punto de ebullición de 188,2 °C.

30 Se obtuvo éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME) de VWR químicos y reactivos Merck (n.º CAS 111-77-3), como líquido viscoso sin olor y sin color con un punto de ebullición de 190-196 °C.

Se obtuvo éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE) de VWR químicos y reactivos Merck (n.º CAS 111-34-5), como líquido viscoso sin olor y sin color con un punto de ebullición de 226-234 °C.

35

El punto de inflamabilidad de propilenglicol es 130 °C. Para comparación, el punto de inflamabilidad de Agrotain® es 81,1 °C, el cual es considerablemente menor.

40 La toxicidad oral de rata LD50 es 20000 mg/kg para propilenglicol, 6450 mg/kg para DEGMME y 5660 mg/kg para DEGMBE. Para comparación, la toxicidad oral de NMP (solvente principal en Agrotain) oral de rata LD50 es 3914 mg/kg, la cual es considerablemente menor.

Tratamiento ultrasónico

45 El tratamiento ultrasónico se realizó usando un Elmasonic S 180 H (Elma Ultrasonic, Ruislede, Bélgica) usando frecuencia ultrasónica de 37 kHz a potencias variables.

Ejemplo 1 – Formulaciones de nBTPT en propilenglicol

A temperatura ambiente (20 °C)

55 Cuando se adicionó nBTPT sólido a propilenglicol (PG) a temperatura ambiente, el nBTPT tiende a pegarse con la formación de flóculos. A temperatura ambiente, fue posible disolver aproximadamente 41,5 g de nBTPT en 102,5 g de PG en 2 horas (aproximadamente 29% en peso). Sin embargo, 2 horas demasiado largo y después de este periodo, aún algunos flóculos de nBTPT permanecieron sin disolver en PG. Cuando se adicionó una cantidad extra de 10 g de nBTPT a la misma solución, la mayoría del nBTPT se disolvió después de algunas horas, pero un líquido viscoso nubloso aún se obtuvo con la presencia de flóculos sin disolver.

60 Cuando se añadieron aproximadamente 12 g de N-metilpirrolidina (NMP, aditivo en Agrotain®), se formó directamente una solución clara justo después de algunos minutos, sin necesidad de un intervalo específico de temperatura. Esto indica que el NMP tiene un efecto positivo en la solubilidad del nBTPT en PG, como también se divulga en el documento EP 0 869 933 A1. La toxicidad de NMP representa, sin embargo, un gran inconveniente, tanto para el usuario, por ejemplo, el granjero, como para el ambiente.

A temperatura elevada

1 Se observó que el nBTPT sólido se disolvió en PG mucho más rápido a temperaturas elevadas y sin la emisión de flóculos cuando el material de nBTPT tiende a pegarse y permanece de esa forma. Sorprendentemente, también se observó que dicha solución de nBTPT en PG, cuando se preparó a una temperatura más alta y se mantuvo a una temperatura alta por un periodo de tiempo, permaneció estable a temperatura ambiente (20 °C). Vale la pena notar que, dado que el punto de fusión de nBTPT es 58 a 60 °C, todas las pruebas de solubilidad se realizaron a temperaturas entre 40 y 60 °C. Cuando se calentaron 50 g de PG a 45 °C, fue posible disolver hasta 43,5 g de nBTPT (= aproximadamente 46 % en peso de solución). Cuando se aumenta la temperatura a 60 °C, se pudo añadir 100 g de nBTPT (66,6 % en peso de la solución). Desafortunadamente, cuando la mezcla anteriormente mencionada se enfrió, la solución se cristalizó inmediatamente, indicando que estas soluciones altamente concentradas no son estables a temperatura ambiente (definida en el presente documento como una temperatura de 20 °C).

Sin embargo, un experimento posterior mostró que una concentración máxima de aproximadamente 45 % en peso de nBTPT en PG es aún aceptable para obtener una solución que permanece líquida y estable a temperatura ambiente al enfriarse y la cual no se cristalizó.

Cuando el nBTPT se fundió primero (se vuelve una solución clara) y se mezcló posteriormente con PG (bien sea a temperatura ambiente o a temperatura elevada), alguna evolución de gas fue visible. Por medio de este método, se pudo preparar una solución de 33 % en peso de nBTPT en PG, pero algunos flóculos pequeños aún permanecieron en la solución. Así, se concluyó que el nBTPT no es preferiblemente utilizado en una forma fundida para disolverse en PG.

Todos los experimentos adicionales fueron realizados usando una solución de 25% en peso de nBTPT en PG, preparada al disolver nBTPT sólido en PG a 40-45 °C.

También se observó que al utilizar un tratamiento de baño ultrasónico a cualquier temperatura el nBTPT se disuelve mucho más rápido en PG, posiblemente debido al hecho que las ondas ultrasónicas quiebran los flóculos formados de nBTPT.

Finalmente, se añadieron 100 mg de varios sistemas de tinte a 40 g de 25 % de solución de nBTPT en PG y se evaluaron (0,25 %):

- Rojo Brillante Duaryn F3B-SF (Clariant, solución de tinte rojo a base de agua)
- Tartrazina Supra Líquida (Keystone, solución de tinte amarillo a base de agua)
- Keyacid™ Verde B (Keystone, polvo de tinte verde)
- VI Turquesa E-VS 300% (Vision Chemicals Ltd, polvo de tinte azul)

Se prepararon diferentes soluciones (Tabla 1a) y se compararon con las soluciones comercialmente disponibles del arte previo, de las cuales la composición está dada en la Tabla 1b. Los datos relacionados con las soluciones comerciales fueron extraídos de datos publicados tal como las hojas de datos de seguridad de productos.

Tabla 1a: Diferentes soluciones de PG con nBTPT

Código de muestra	Cantidad de nBTPT	Sistema de tinte
A	25 %	Ninguno
A rojo	25 %	Rojo Brillante Duasyn F3B-SF
A amarillo	25 %	Tartrazina Supra Líquido
A verde	25 %	Keyacid™ Verde B
A azul	25 %	VI Turquesa E-VS 300 %
		Nombre comercial
B	26,7 %	Agrotain® Ultra (Koch, US)
C	25,5 – 27,5 %	Rhodia Ag-Rho™ N Protect B (Solvay, Alemania)
D	19,5 % + 6,5 % nPPT	BASF Limus (BASF, Alemania)
E	10 %	N Yield™ (Eco Agro, Holanda)

Tabla 1B: Soluciones comerciales de nBTPT

Producto comercial	Composición de solventes (cantidades relativas a la solución total)
Agrotain® Ultra	40-70 % propilenglicol, 10-30 % N-metilpirrolidona, 1-5 % sistema de tinte
Rhodia Ag-Rho™ N Protect B	71-75 % 2,2-dimetil-1,3-dioxolan-4-il metanol

(continuación)

Producto comercial	Composición de solventes (cantidades relativas a la solución total)
BASF Limus	<40 % alcohol de benzilo, <25 % imina de polietileno, <2 % Naranja Orasole 251, <2 % 3,7-dimetiloct-6-enenitrilo
N Yield™	10-70 % propilenglicol, 20-40 % DMSO

Ejemplo 2 – Estabilidad de nBTPT en soluciones

5 La estabilidad de nBTPT en las soluciones anteriormente enlistadas se siguió con el tiempo cuando se almacenaron a temperatura ambiente. Los resultados se resumen en la Figura 1. Todas las formulaciones parecen ser muy estables a temperatura ambiente, con casi una recuperación completa después de 135 días de almacenamiento (excepto para N Yield™). nBTPT en PG parece tener una estabilidad similar o incluso mayor que Agrotain® Ultra y BASF Limus. La adición de un sistema de tinte no parece tener un gran efecto en la estabilidad del nBTPT.

10 Se realizaron pruebas de estabilidad adicionales a 70 °C para simular un almacenamiento a largo plazo al acelerar la tasa de descomposición y también para estimular las condiciones extremas de almacenamiento que pueden ocurrir en ciertos climas calientes con el tanque de almacenamiento para nBTPT en PG, directamente expuesto a radiación solar. Las muestras de acuerdo con la Tabla 1 se mantuvieron en un horno a 70 °C en recipientes plásticos cerrados. El muestreo se hizo en el día 28. Los resultados se resumen en la Figura 2. Todas las formulaciones parecieron ser estables a 70 °C, con una recuperación de más de 70 % después de 28 días (excepto para N Yield™: 22 %). Rhodia Ag-Rho™ N Protect B parece tener la mayor estabilidad de nBTPT a 70 °C. nBTPT en PG parece tener estabilidad similar o incluso mayor que Agrotain® Ultra y BASF Limus. La adición de colorantes no tiene un gran efecto en la estabilidad de nBTPT.

Ejemplo 3 – Estabilidad de cristalización de nBTPT en solventes tipo glicol a temperaturas menores

25 Para determinar la temperatura de cristalización de nBTPT en solventes de tipo glicol a diferentes concentraciones, se enfrió un baño de agua a -12 °C y se midió la temperatura de cristalización con un termómetro mientras se agitaba, para varias muestras. Un primer conjunto (con diferentes concentraciones de nBTPT) se obtuvo después de un tratamiento ultrasónico de la composición líquida, obteniendo esencialmente PG y nBTPT, a temperatura ambiente (20 °C). Un segundo conjunto (con diferentes concentraciones de nBTPT) se obtuvo después de mantener la composición líquida que contiene esencialmente PG y nBTPT a 70 °C durante aproximadamente 2 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 2 para dos conjuntos de muestras.

Tabla 2

	Temperatura de cristalización (°C)	
	Tratamiento ultrasónico a 20 °C	Almacenamiento a 70 °C durante 2 horas
15 % nBTPT en PG	-4,4	-9,7
17,5 % nBTPT en PG	-4,6	-6,4
20 % nBTPT en PG	2,8*	-0,1
25 % nBTPT en PG	9,3*	6,5*
30 % nBTPT en PG	14,3*	9,8*

35 Para comparación: el punto de cristalización de Agrotain® Ultra *como tal* a temperatura ambiente fue determinado para ser -14,8 °C, el cual es aún considerablemente menor que cualquiera de los dos tratamientos definidos anteriormente en la Tabla 2. Los resultados marcados con * están por fuera del alcance de la invención.

40 Se hizo una solución de 17,5 % de nBTPT en PG a diferentes temperaturas y se midió la temperatura de cristalización. En una primera prueba, se hizo un lote grande y se trató primero al usar un baño ultrasónico a temperatura ambiente y después la solución se calentó a la temperatura especificada. En un segundo lote, se hizo la solución sin el tratamiento ultrasónico adicional (Tabla 3; estos ejemplos no forman parte de la invención).

Tabla 3: 17,5 % de nBTPT

Tratamiento ultrasónico	Tratamiento térmico	Temperatura de cristalización (°C)
Tratamiento ultrasónico a 20 °C	Tratamiento térmico posterior a 20 °C, 15 min	-4,6
Tratamiento ultrasónico a 20 °C	Tratamiento térmico posterior a 40 °C, 15 min	-8,8
Tratamiento ultrasónico a 20 °C	Tratamiento térmico posterior a 55 °C, 15 min	-10,3
Sin tratamiento ultrasónico	Tratamiento térmico a 40 °C, 15 min	-4,5
Sin tratamiento ultrasónico	Tratamiento térmico a 55 °C, 15 min	-4,6

Existe claramente un efecto aditivo del método de calentamiento y tratamiento ultrasónico en la temperatura de cristalización. Como un paso extra en el procedimiento de preparación de las soluciones de nBTPT en PG, se recomienda dicho calentamiento por encima de 40 °C.

Después de PG, se probaron otros solventes tipo glicol: DEGMME y DEGMBE (también en combinación con PG). Se prepararon soluciones de 25,0 % de nBTPT al calentar a 45 °C y agitar hasta que se logró una solución clara. Se midió la temperatura de cristalización (Tabla 4). Es importante notar que, se midieron temperaturas de cristalización menores para estos solventes en comparación con 25 % de nBTPT en PG. Sin embargo, DEGMME y DEGMBE tienen un nivel de toxicidad mayor que PG.

Tabla 4

	Temperatura de cristalización (°C)
	Calentada a 45 °C
% nBTPT en DEGMME	<-10
%nBTPT en DEGMBE	<-10
% nBTPT en DEGMBE/PG 1:1	<-10

Ejemplo 4 – Estabilidad de nBTPT en propilenglicol (PG) en urea

Para este experimento, se recubrieron gránulos de urea con 500 ppm de la composición líquida de acuerdo con la invención y varias fuentes comerciales disponibles de nBTPT (véase Tabla 1a). Posteriormente, los gránulos fueron almacenados durante 155 días bajo condiciones en bolsa a temperatura ambiente y se siguió la descomposición de nBTPT. Los resultados se muestran en la Figura 3.

En general, todas las fuentes de nBTPT en gránulos de urea parecen tener una alta estabilidad bajo condiciones de almacenamiento en bolsa, con una vida media de más de 5 meses. nBTPT en BASF Limus parece tener la mayor estabilidad en urea bajo condiciones en bolsas a temperatura ambiente, con aproximadamente 24 % de degradación de nBTPT en 155 días. nBTPT en propilenglicol mostró una estabilidad comparable cuando se compara con las formulaciones líquidas comercialmente disponibles de nBTPT (excepto BASF Limus), y mostró un 40 % de degradación de nBTPT en 155 días. nBTPT aplicado como polvo parece tener la menor estabilidad con aproximadamente 75 % de degradación de nBTPT en 155 días. Este experimento ha mostrado que una solución de urea, recubierta con 500 ppm de un 25 % en peso de nBTPT en PG como se fabrica de acuerdo con el método de la invención, se desempeña tan bien como cualquier solución comercial, excepto para el producto BASF Limus.

Como experimento adicional, se determinó la estabilidad de nBTPT en urea usando pruebas de estabilidad acelerada bajo condición más severas con almacenamiento en frascos abiertos al aire en un Nissenhut sin climatizar por 80 días.

Los resultados se muestran en la Figura 4. El uso de la composición líquida de acuerdo con la invención, en particular 25 % en peso de nBTPT en propilenglicol, parece dar estabilidad similar a Agrotain® Ultra e incluso mayor estabilidad a Rhodia Ag-Rho™ N Protect B, BASF Limus y N Yield™ a estas condiciones de almacenamiento específicas. Notablemente, la adición del tinte verde y azul a 25 % de nBTPT en PG tuvo un efecto negativo en la estabilidad de nBTPT en urea a estas condiciones específicas de almacenamiento.

Un análisis de calidad estándar de gránulos de urea, recubiertos con nBTPT en varias formas, también mostro que la composición líquida de acuerdo con la invención es al menos tan eficiente como las fuentes comercialmente disponibles. Un resumen de los resultados de análisis se muestra en la Tabla 5 a continuación.

Tabla 5

N.º	Composición	Contenido de humedad	pH	Índice de apelmazamiento a 27 °C	Resistencia a aplastado	Resistencia a impacto	Formación de polvo de abrasión	Monocapa ^a
1	BASF Limus en urea	0,18	9,1	30	4,1	0,9	50	1,3
2	N-Yield™ en urea	0,18	9,1	46	4,2	0,9	150	1,6
3	Agrotain® Ultra en urea	0,17	9,3	25	4,3	1,0	75	1,3
4	Rhodia Ag-Rho™ N Protect B en urea	0,16	8,5	42	4,4	0,9	200	1,0

(continuación)

N.º	Composición	Contenido de humedad	pH	Índice de apelmazamiento a 27 °C	Resistencia a aplastado	Resistencia a impacto	Formación de polvo de abrasión	Monocapa ^a
5	Polvo de nBTPT en urea	0,17	9,4	23	4,4	0,8	225	1,1
6	25 % de nBTPT en PG en urea	0,19	8,1	39	4,3	0,8	200	1,5

a. Absorción de humedad de una monocapa producida en 24 h, expuesta a 20 °C y 80 % de humedad relativa

Experimento 5 – Olor

- 5 Se determinó el olor para todas las fuentes de nBTPT *como tal*, aplicadas sobre gránulos de urea en una concentración de 500 ppm. Un resumen cualitativo se suministra en la Tabla 6.

Tabla 6

Inhibidor de ureasa	Olor de la formulación de nBTPT	Olor de gránulos	Observación
BASF Limus	Fuerte	Ninguno	Olor muy intenso
N Yield™	Fuerte	Fuerte	Olor DMSO
Agrotain® Ultra	Fuerte	Fuerte	Olor muy intenso
Rhodia Ag-Rho™ N Protect B	Medio	Ligero	
Polvo de nBTPT	Fuerte	Ninguno	
25 % de nBTPT en propilenglicol	Ligero	Ninguno	

- 10 Todas las fuentes de nBTPT tienen un olor significativo. Sin embargo, en comparación con las fuentes comerciales, la composición líquida de acuerdo con la invención tiene un olor ligero como tal y ningún olor significativo cuando se aplica sobre gránulos de urea.

Ejemplo 6 – Estabilidad de nBTPT en propilenglicol en urea

- 15 Para este experimento, la composición líquida de nBTPT de acuerdo con la invención y también varias fuentes comerciales disponibles de nBTPT fueron evaluadas para la adición a urea por medio de la fusión de urea en un granulador de lecho fluidizado. Posteriormente, los gránulos fueron almacenados durante 85 días bajo condiciones en bolsas a temperatura ambiente y se siguió la descomposición de nBTPT. Los resultados se muestran en la Figura 5.

- 20 En general, todas las fuentes de nBTPT en gránulos de urea parecen tener una alta estabilidad bajo condiciones de almacenamiento en bolsas con una recuperación de nBTPT > 85 % después de 85 días de almacenamiento. nBTPT en propilenglicol mostró una estabilidad comparable o incluso mayor cuando se compara con las formulaciones líquidas comercialmente disponibles de nBTPT. Este experimento ha mostrado que una urea, tratada internamente con 500 ppm de una solución de 25 % en peso de nBTPT en PG como se fabrica de acuerdo con el método de la invención, se desempeña tan bien o incluso mejor que cualquier solución comercial.

- 30 Un análisis de calidad estándar de gránulos de urea, internamente dopado con nBTPT en diferentes formas, también mostró que la composición líquida de acuerdo con la invención es al menos tan eficiente como las fuentes comercialmente disponibles cuando se mezcló en una fusión de urea. Un resumen de los resultados de análisis se suministra en la Tabla 7 a continuación.

Tabla 7

N.º	Composición	Contenido de humedad	pH	Índice de apelmazamiento a 27 °C	Resistencia a aplastado	Resistencia a impacto	Formación de polvo de abrasión
1	BASF Limus en urea	0,15	8,9	23	4,4	0,9	125
2	N-Yield™ en urea	0,15	8,9	13	4,2	1,0	1000
3	Agrotain® Ultra en urea	0,09	9,1	25	3,9	1,3	975
4	Rhodia Ag-Rho™ N Protect B en urea	0,2	8,9	44	4,3	0,7	425
5	Polvo de nBTPT en urea	0,28	8,1	42	3,8	0,9	825
6	25 % de nBTPT en PG en urea	0,08	9,1	30	4,0	0,91	525

Ejemplo 7 – Control de volatilización de nBTPT en propilenglicol en urea

5 En este experimento, la composición líquida de nBTPT de acuerdo con la invención y también varias fuentes comerciales disponibles de nBTPT se aplicaron en urea y se midió la volatilización en suelo Rheinland y suelo Palencia en un experimento de volatilización. La Figura 6 muestra las pérdidas acumuladas de amoníaco volátil (mg N/olla) en suelo Rheinland (pH 6,5) y suelo Palencia (pH 7,5) de urea no tratada contra urea recubierta con la composición líquida de nBTPT de acuerdo con la invención y también varias fuentes comerciales disponibles de nBTPT. Los datos obtenidos no mostraron ninguna diferencia significativa en actividad inhibidora de ureasa y control
10 de volatilización entre polvo de nBTPT, BASF Limus y nBTPT en propilenglicol.

Este experimento también ha mostrado que una urea, recubierta con 400 ppm de una solución de 25% en peso de nBTPT en PG como se fabrica de acuerdo con el método de la invención, se desempeña tan bien o incluso mejor que cualquier solución comercial.

15

Experimento 8: Producción de un lote comercial

Se produjo el siguiente lote de 1000 litros:

20	Propilenglicol	866,2 kg
	nBTPT (pureza: aproximadamente 98 %)	188,2 kg (17,5 %)
	Rojo Brillante Duasyn F3B-SF Líquido	2,6 kg
	Total	1057,0 kg

25 Protocolo

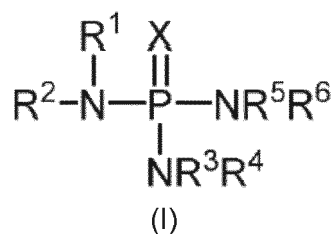
1. Cargar un recipiente con 866,2 kg de propilenglicol
2. Iniciar el agitador y calentar a 40 – 45 °C.
- 30 3. Cargar 188.2 kg de nBTPT gradualmente mientras se mantiene la temperatura a 40-45 °C
4. Mezclar durante 15 minutos después de la última adición de polvo
- 35 5. Revisar si nBTPT está completamente disuelto; si polvo sin disolver está presente, mezclar durante 10 minutos y revisar.
6. Enfriar a 20 °C
- 40 7. Añadir 2,6 kg de Rojo Brillante Duasyn F3B-SF Líquido
8. Mezclar durante 5 minutos

Especificación de objetivo:

45	Apariencia:	solución roja clara
	Densidad a 20 °C:	1,057 kg/l (intervalo permisible: 1,054 – 1,060 kg/l)
	pH (Ordenado)	7,5 – 8,0
50	Contenido de nBTPT	17,5 % p/p = 18,5 % p/v = 185 g/l

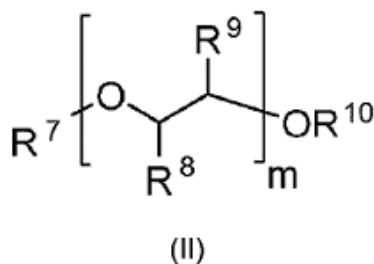
REIVINDICACIONES

1. Un método para la fabricación de una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, comprendiendo el método el paso de calentar una cantidad de dicho solvente orgánico del tipo glicol a una primera temperatura al menos por encima de 20 °C pero por debajo de la temperatura de fusión de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y posteriormente añadir una cantidad de inhibidor de ureasa sólido del tipo triamida fosfórica en dicha cantidad de solvente orgánico del tipo glicol a una segunda temperatura que es como máximo aproximadamente igual a la primera temperatura, caracterizado por que el método comprende el paso de mantener la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, a una tercera temperatura, temperatura que es mayor que la primera temperatura, preferiblemente en el intervalo de 60 a 80 °C.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende además el paso de someter la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, a un tratamiento ultrasónico.
3. El método de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en donde el inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica es un compuesto de fórmula (I):



en la que:

- 25 X es oxígeno o azufre;
 R¹ se selecciona del grupo que consiste en alquilo, cicloalqueno, aralquilo, arilo, alqueno, alquino y cicloalquilo; y
 R² se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo, cicloalqueno, aralquilo, arilo, alqueno, alquino y cicloalquilo, o
 30 R¹ y R² juntos pueden formar una cadena de alqueno o alqueno que puede opcionalmente incluir uno o más heteroátomos de oxígeno divalente, nitrógeno o azufre, que completan una estructura de anillo con 4, 5, 6, 7 u 8 miembros; y
 R³, R⁴, R⁵ y R⁶ se seleccionan individualmente del grupo que consiste en hidrógeno y alquilo que tiene 1 a 6 átomos de carbono, y
 35 R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶, cuando no son hidrógeno, pueden cada uno ser opcionalmente sustituido con uno o más seleccionados del grupo que consiste en trihalometilo, naftoxi, alquilo, halógeno, arilmercapto, fenoxi, fenilo, nitro, ciano, amino, alquilamino, dialquilamino, alcoxi, mercapto, alquilmercapto, alquilcarbonilo, arilamino, arilcarbonilo, alcocarbonilo, carboxi, diarilamino y carbonamida.
- 40 4. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el solvente orgánico del tipo glicol es un compuesto de fórmula (II)

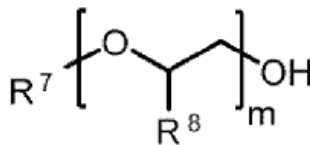


en la cual

- 45 R⁷ es hidrógeno o alquilo;
 R⁸ es hidrógeno o alquilo;
 R⁹ es hidrógeno, =O, o alquilo;
 R¹⁰ es hidrógeno, alquilo o acilo; y

m es 1 a 4;
 en donde R⁷ y R⁸, o R⁷ y R¹⁰ juntos forman un anillo que comprende uno o más átomos de oxígeno;

preferiblemente en donde el solvente orgánico del tipo glicol es un compuesto de fórmula (III)



(III)

en la que:

R⁷ es hidrógeno o alquilo;

R⁸ es hidrógeno o alquilo; y

m es 1 a 4.

5. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el inhibidor de ureasa es triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT) y/o en donde el solvente orgánico es propilenglicol, éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE) o combinaciones de los mismos.

6. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la cantidad de dicho inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica está en el intervalo del 1 al 45 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida y/o en donde la cantidad de dicho solvente orgánico del tipo glicol está en el intervalo de entre el 55 y el 99 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida.

7. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la primera temperatura está en el intervalo de 20 a 60 °C y/o en donde la segunda temperatura está en el intervalo de 20 a 60 °C.

8. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, se mantiene a una tercera temperatura durante un periodo de unos pocos minutos a 4 horas.

9. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, se trata de forma ultrasónica durante un periodo de unos pocos minutos a 4 horas.

10. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que además comprende un paso en donde una cierta cantidad de un sistema de tinte se añade a la composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica a una cuarta temperatura, preferiblemente al menos 20 °C.

11. El método de acuerdo con la reivindicación 10, en donde la cantidad de dicho sistema de tinte está en el intervalo de entre el 0 y el 1,0 % en peso.

12. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende los pasos de:

- calentar una cantidad de propilenglicol a 35 a 50 °C;
- añadir del 10 al 25 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida, de triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT) en dicho propilenglicol;
- aplicar un tratamiento ultrasónico durante 15 minutos;
- mantener dicha composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol y nBTPT a de 60 a 80 °C; y
- opcionalmente, añadir el 0,25 % en peso, con relación al peso total de dicha composición líquida, de un sistema de tinte a dicha composición líquida que consiste esencialmente en propilenglicol y nBTPT por lo menos a 20 °C.

13. Una composición líquida que consiste esencialmente en un solvente orgánico del tipo glicol y un inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica, y opcionalmente un sistema de tinte, que tiene una temperatura de cristalización del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica en dicho solvente orgánico del tipo glicol de menos de 0 °C.

14. Una composición líquida de acuerdo con la reivindicación 13, que tiene una temperatura de cristalización del inhibidor de ureasa del tipo triamida fosfórica en dicho solvente orgánico del tipo glicol de menos de -2 °C, preferiblemente menos de -4 °C, más preferiblemente menos de -6 °C, más preferiblemente menos de -8 °C.

- 5 15. Una composición líquida de acuerdo con las reivindicaciones 13 o 14, que consiste esencialmente en propilenglicol (PG), en particular propan-1,2-diol, como solvente y del 10 al 20 % en peso de triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), en particular del 15 al 18 % en peso, más particularmente aproximadamente el 17,5 % en peso, con relación al peso total de la solución líquida.
- 10 16. Una composición líquida de acuerdo con las reivindicaciones 13 a 14, que consiste esencialmente en éter de monometilo de dietilenglicol (DEGMME), éter de monobutilo de dietilenglicol (DEGMBE), o combinaciones de los mismos, incluyendo opcionalmente además propilenglicol (PG), como solvente y del 10 al 40 % en peso de triamida tiofosfórica de N-(n-butilo) (nBTPT), en particular del 15 al 30 % en peso, más en particular aproximadamente el 25 % en peso, con relación al peso total de la solución líquida.
- 15 17. Una composición sólida particulada a base de urea, que comprende un compuesto sólido particulado a base de urea y la composición líquida de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 16, en donde la composición líquida forma por lo menos parcialmente un recubrimiento en al menos parte de las partículas que comprenden el compuesto a base de urea.
- 20 18. La composición sólida particulada a base de urea de acuerdo con la reivindicación 17, en donde el compuesto a base de urea se selecciona del grupo de urea, sulfato de calcio y urea (UCaS), nitrato de calcio y urea (UCaN), nitrato de magnesio y urea (UMgN), fosfato de calcio y urea (UCaP), fosfato de magnesio y urea (UMgP), superfosfato de urea (USP), nitrato de amonio, calcio y urea (UCAN), sulfato de amonio y urea (UAS), fosfato de amonio y urea (UAP), sales de potasio y urea (UK), fertilizante NPK de compuesto a base de urea, y mezclas de los mismos.
- 25 19. La composición sólida particulada a base de urea de acuerdo con la reivindicación 17, en donde la composición es una mezcla física del compuesto a base de urea en forma particulada y uno o más componentes seleccionados del grupo de nitratos, fosfatos, sulfatos y cloruros en forma particulada, seleccionados del grupo de: nitrato de amonio, nitrato de calcio, nitrato de amonio y calcio, nitrato de sodio, nitrato de sulfato de amonio, nitrato de amonio y potasio, fosfato de amonio, tal como fosfato de mono-amonio (MAP) y fosfato de diamonio (DAP), bis(ortofosfato de dihidrógeno) de calcio, super fosfato, triple superfosfato, fosfato de roca, sulfato de potasio, sulfato de magnesio y potasio, sulfato de amonio (AS), sulfato de amonio y urea, nitrato de amonio, calcio y urea, sulfato de amonio y urea, cloruro de potasio (MOP), sulfato de potasio (SOP), sales de potasio y urea (UK), fertilizante NPK de compuesto a base de urea, o mezclas de los mismos.
- 30 20. Una composición líquida a base de urea, que comprende un compuesto disuelto a base de urea y la composición líquida de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 16, en donde dicha composición líquida está íntimamente mezclada con el compuesto a base de urea, preferiblemente seleccionado del grupo de urea, nitrato de amonio y urea (UAN), nitrato de calcio y urea (UCaN), o mezclas de los mismos, disueltos en un solvente, preferiblemente en agua.
- 35 40

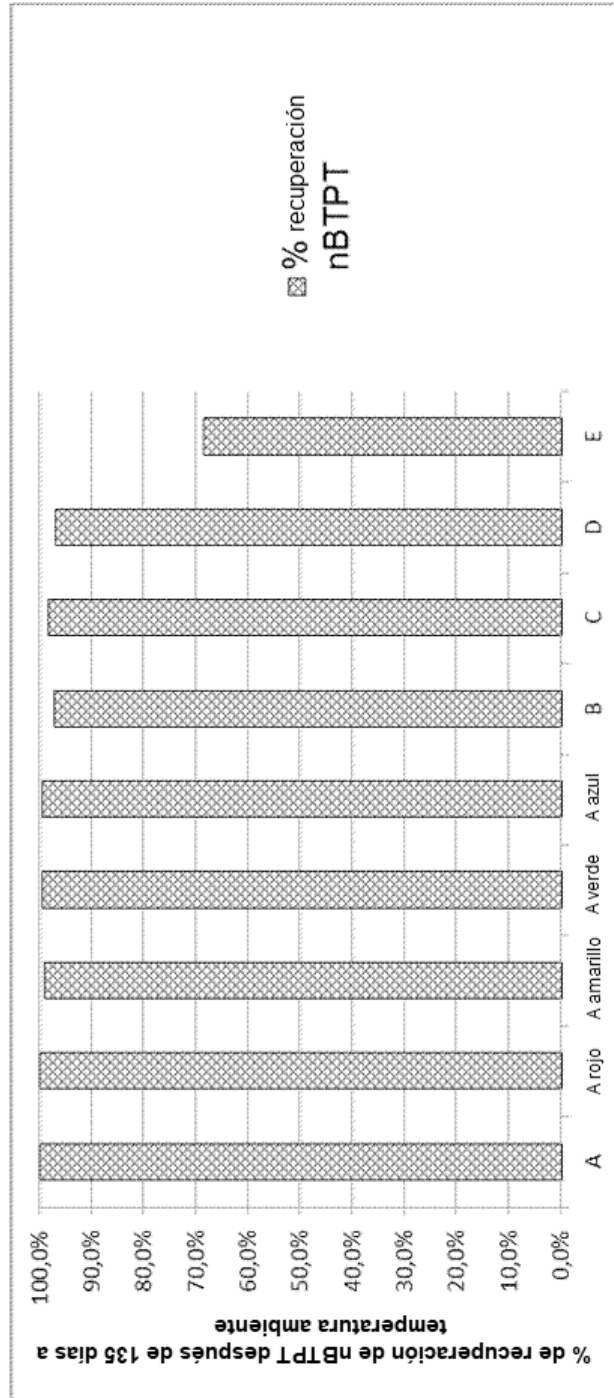


Figura 1

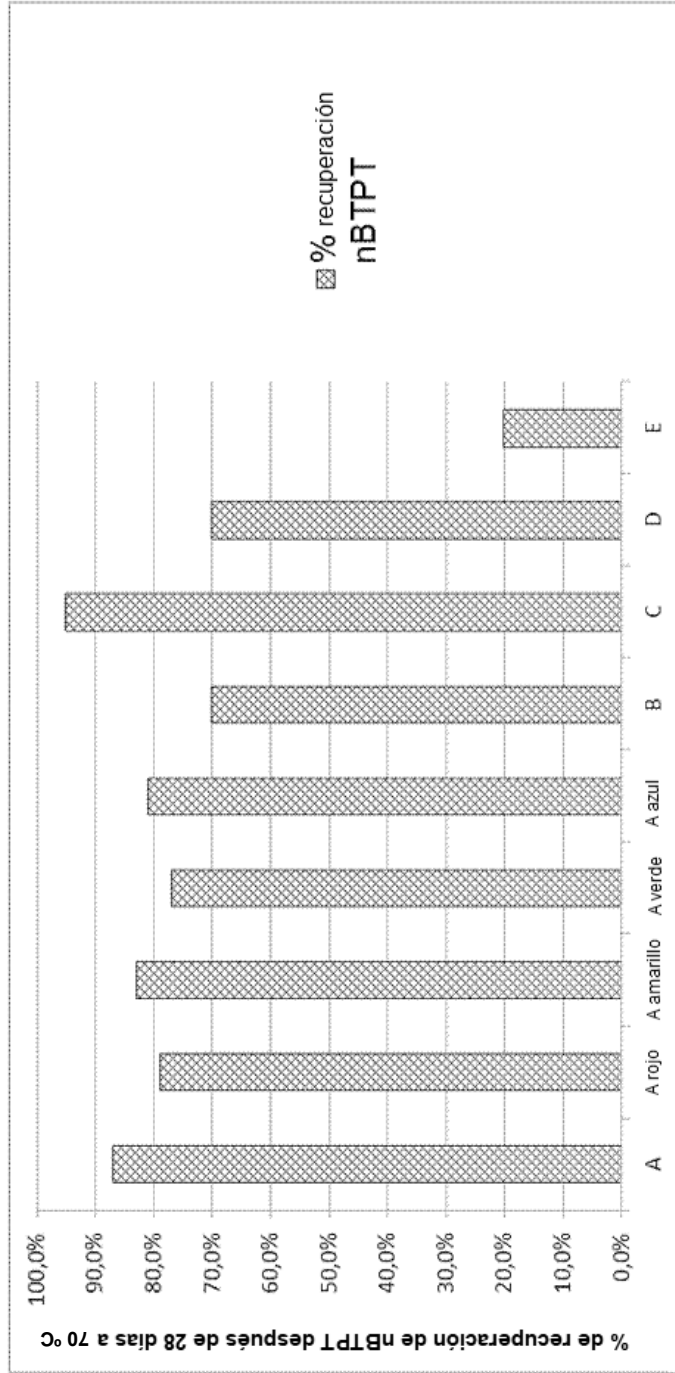


Figura 2

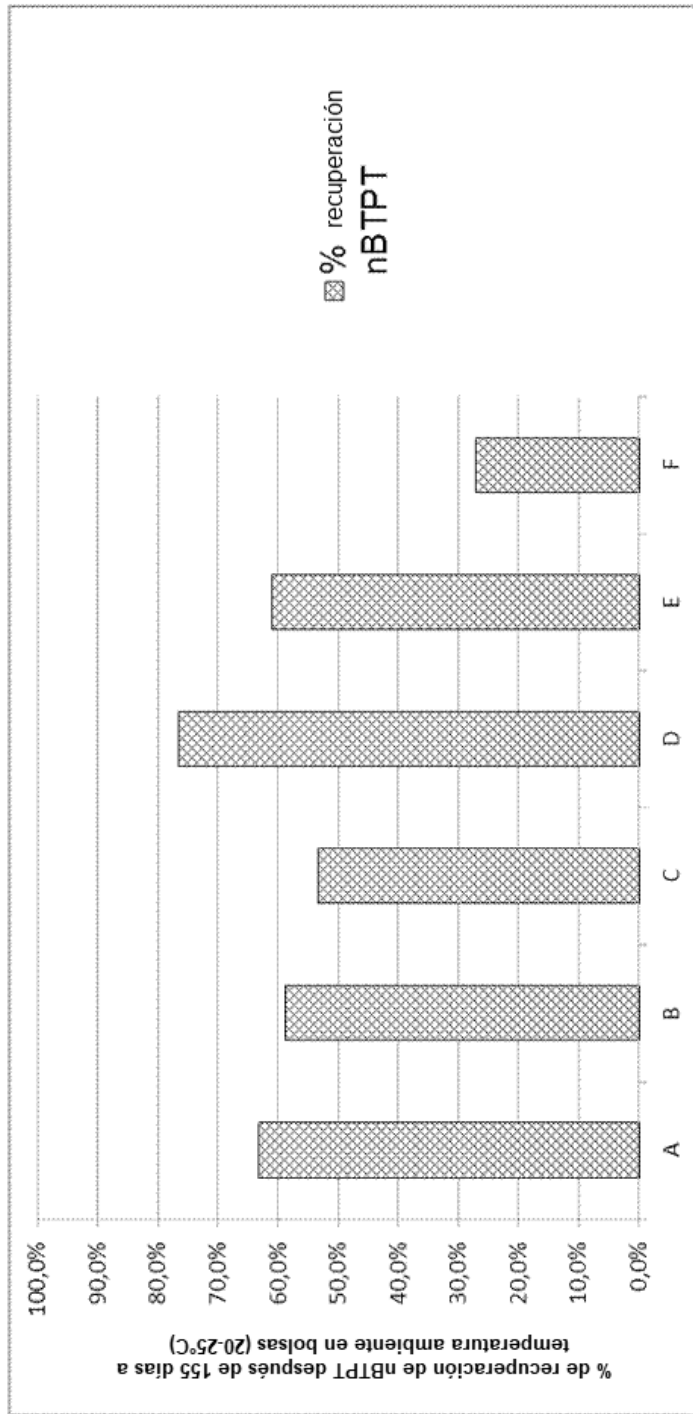


Figura 3

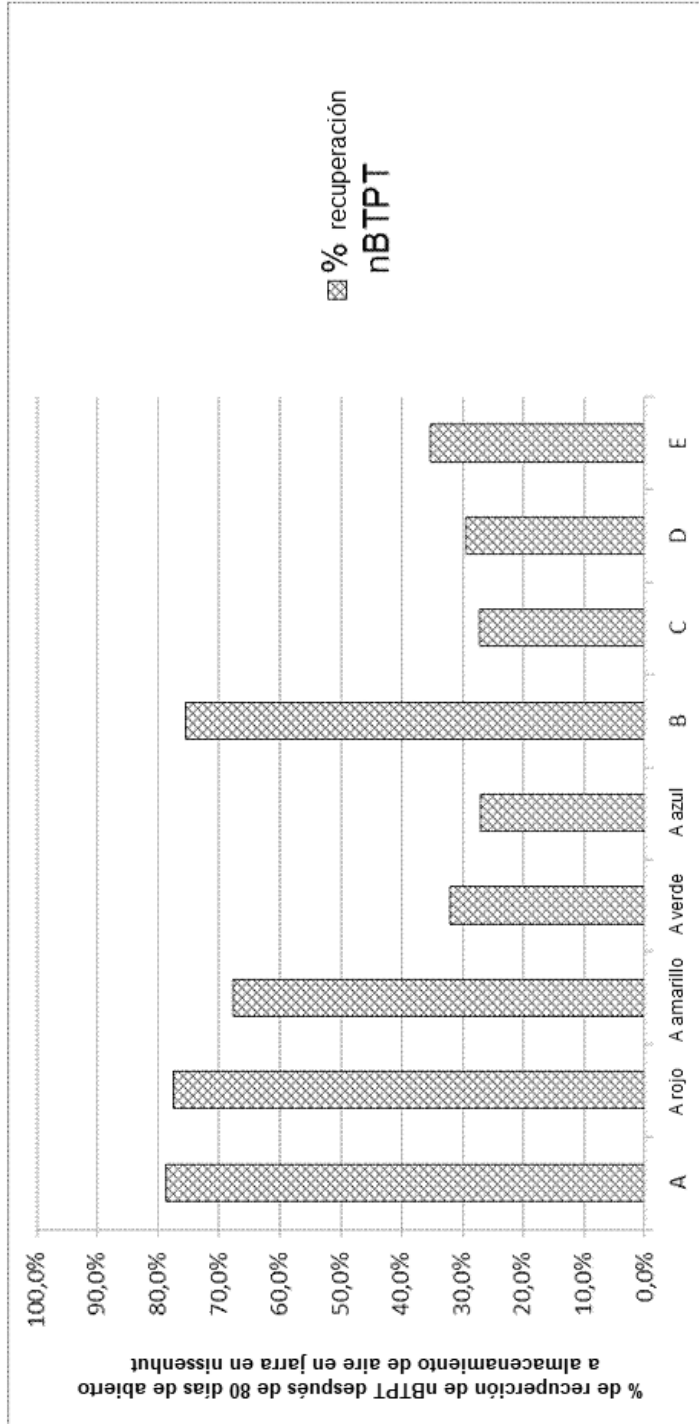


Figura 4

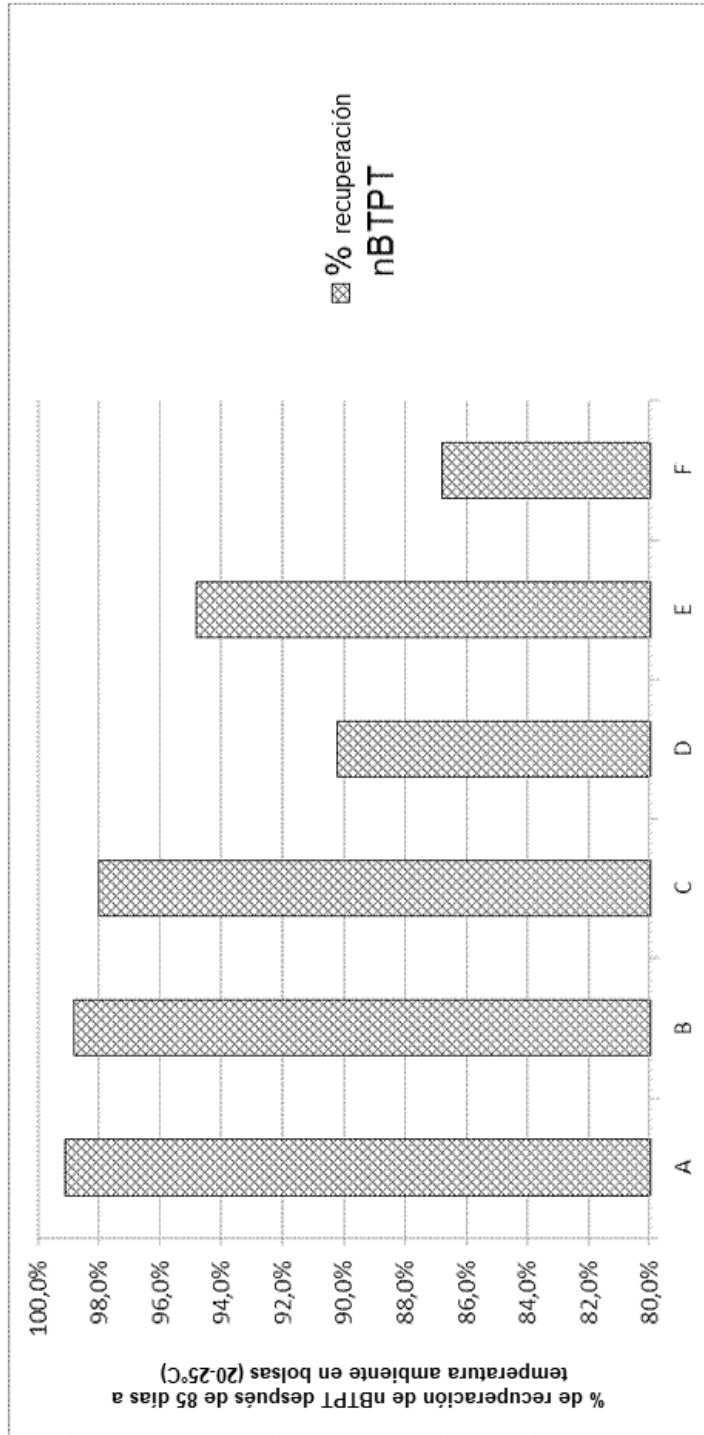


Figura 5

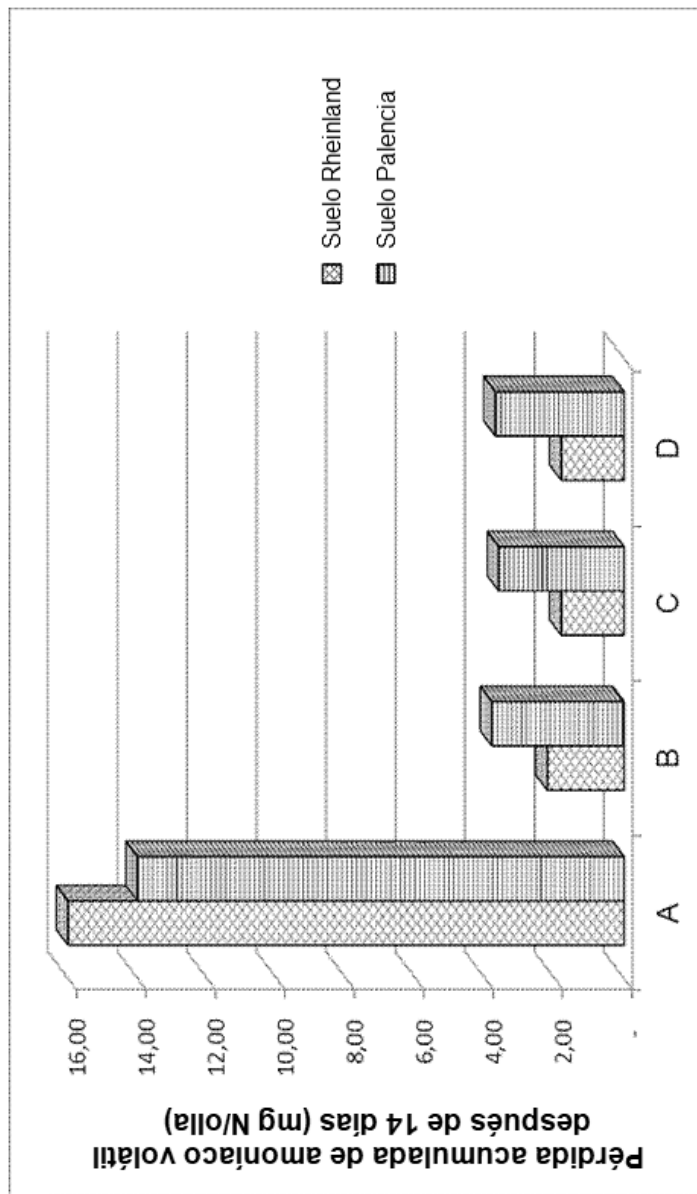


Figura 6