

EMULSIÓN PARA TRATAR FERTILIZANTES QUE CONTIENEN UREA

CAMPO DE LA INVENCION

5 La invención se refiere a una emulsión para tratamiento de fertilizantes que contienen urea que comprende al menos una triamida de ácido (tio)fosfórico y ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico y al uso del mismo, y a un proceso para producir fertilizantes que contienen urea tratados y a
10 los fertilizantes que contienen urea de esta manera obtenibles.

La cantidad predominante de nitrógeno que se utiliza a nivel mundial para fertilización se encuentra en forma de urea o fertilizantes que contienen urea, y sigue aumentado.
15 Sin embargo, la urea en sí misma es una forma de nitrógeno que apenas se absorbe, si es que se absorbe, ya que se hidroliza con relativa rapidez por la enzima ureasa que es ubicua en el suelo para dar amoníaco y óxido de carbono. Bajo algunas circunstancias, se libera amoníaco gaseoso a la
20 atmósfera, que luego ya no está disponible para las plantas en el suelo, lo que reduce la eficiencia de la fertilización.

Se sabe que la explotación del nitrógeno en el uso de fertilizantes que contienen urea se puede mejorar mediante el uso de fertilizantes que contienen urea junto con sustancias

que pueden reducir o inhibir escisión enzimática de la urea. Los inhibidores de ureasa más potentes conocidos incluyen triamidas de ácido N-alquiltiofosfórico y triamidas de ácido
5 N-alquilfosfórico, que se describen, por ejemplo, en EP 0 119 487.

También es posible utilizar mezcla de triamidas de ácido N-alquiltiofosfórico tal como triamida de ácido N-(n-butil)tiofosfórico (NBPT) y triamida de ácido N-(n-
10 propil)tiofosfórico (NPPT), por ejemplo en una relación en peso de NBPT a NPPT de aproximadamente 3:1.

Estos inhibidores de ureasa se describen, por ejemplo, en WO 2009/079994. Para que esta clase de compuestos sea eficaz como inhibidor de ureasa, primero debe haber
15 conversión a la forma oxo correspondiente. Posteriormente, esta reacciona con la ureasa y provoca la inhibición de la misma.

Es recomendable aplicar los inhibidores de ureasa al suelo junto con la urea, puesto que se asegura de esta manera
20 que el inhibidor entre en contacto con el suelo junto con el fertilizante. El ingrediente activo se puede incorporar en este punto dentro de la urea, por ejemplo, porque se disuelve en la masa fundida antes de la granulación de la urea o la formación de bolitas. Una opción adicional es aplicar el

ingrediente activo a los gránulos o bolitas de urea, por ejemplo en la forma de una solución.

Los métodos correspondientes de aplicación y solventes
5 adecuados se describen, por ejemplo, en EP-A-1 820 788. Los solventes mencionados son agua, alcoholes, glicoles o aminas, y mezclas de los mismos. Además, se hace referencia a WO 97/22568.

WO 97/22568 se refiere a formulaciones mejoradas de
10 triamidas de ácido N-alquiltiofosfórico que se aplican a los fertilizantes como inhibidores de ureasa. Se disuelven en este punto en un glicol o derivados de glicol. Más particularmente, se utiliza propilenglicol o dipropilenglicol, que son glicoles miscibles en agua.

15 WO 2009/079994 se refiere a mezclas para el tratamiento de fertilizantes que contienen urea que comprenden del mismo modo triamidas de ácido (tio)fosfórico. Incluyen adicionalmente al menos un compuesto que contiene un grupo amino o un grupo amino sustituido y tiene un punto de
20 ebullición de más de 100°C. También se describen solventes para las triamidas de ácido (tio)fosfórico, que incluyen agua, alcoholes, glicoles, N-metil-2-pirrolidona (NMP) o también ftalato de dimetilo (DMP). La mayoría de los solventes sugeridos tal como glicoles y NMP, tienen buena

miscibilidad con agua. El ftalato de dimetilo, que se utiliza de acuerdo con los ejemplos, tiene escasa solubilidad en agua.

5 EP-A-3 109 223 se refiere a mezclas para tratamiento de fertilizantes que contiene urea. La mezcla sinérgica de inhibidor de ureasa e inhibidor de nitrificación contiene triamidas de ácido (tio)fosfórico y ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico. Las mezclas sinérgicas se aplican a
10 los fertilizantes que contienen urea, y una mezcla de los dos componentes también puede contener un solvente para las triamidas de ácido (tio)fosfórico. Las mezclas o mismas se utilizan como aditivo o como composición de recubrimiento para los fertilizantes de nitrógeno que contienen urea. Los
15 solventes mencionados son agua, alcoholes, glicoles, y también NMP o ftalato de dimetilo. La manera y secuencia de aplicación al fertilizante que contiene urea no se especifica con detalle.

 WO 2013/121384 se refiere a mezclas para reducir las
20 emisiones de amoníaco u óxidos de nitrógeno de los suelos. Las mezclas comprenden triamidas de ácido alquiltiofosfórico y al menos una estrobilurina. Pueden comprender adicionalmente inhibidores de nitrificación tal como ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico o 3,4-dimetilpirazol-fosfato.

También se menciona el uso adicional de solventes. Los ingredientes disueltos en un solvente orgánico se pueden emulsionar en agua.

5 DE 103 17 895 A1 se refiere a triamidas de ácido 1,3,4-oxa- y 1,3,4-tiadiazol-2-ilo (tio)fosfórico, a procesos para la preparación de los mismos y al uso de los mismos como reguladores o inhibidores de la hidrólisis de la urea enzimática. La descripción establece que el inhibidor de
10 ureasa es soluble en agua. Se sugiere una combinación sin problemas con inhibidores de nitrificación. También se indica que los inhibidores de ureasa se pueden utilizar en forma líquida, por ejemplo como solución, emulsión o suspensión, o en forma sólida.

15 WO 2015/104699 A2 se refiere a combinaciones de inhibidores de nitrificación novedosos con fungicidas o con triamidas de ácido (tio)fosfórico y fungicidas. Los inhibidores de nitrificación de la fórmula (I) tiene un grupo alquino. Los inhibidores de nitrificación adicionales
20 utilizados, así como aquellos de la fórmula (I), también pueden ser DMPP o DMPSA. Los dos compuestos se mencionan en una lista más larga. Se establece que NBPT o el inhibidor de nitrificación puede estar presente en la forma de soluciones, emulsiones, suspensiones, polvillos, polvos, pastas o

gránulos.

Típicamente, las triamidas de ácido (tio)fosfórico, tal como NBPT y NPPT, e inhibidores de nitrificación, tal como
5 ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico (DMPSA) o 3,4-dimetilpirazol fosfato (DMPP), se aplican separadamente para fertilizantes. Esto significa que las sustancias activas se aplican sucesivamente en sus formulaciones respectivas a los gránulos de urea. Existen varias razones para este curso de
10 acción: las formulaciones que contienen ambos ingredientes activos en una solución tienen distintas desventajas.

En primer lugar, las dos sustancias no se pueden disolver juntas en la concentración deseada en el medio acuoso. Esto es posible en algunos solventes orgánicos y
15 mezclas, pero hay una descomposición muy rápida de ambos ingredientes activos en estas soluciones. Por lo tanto, el recubrimiento de fertilizantes que contienen urea con NBPT y DMPSA o DMPP solo era posible hasta la fecha a través de la ruta tortuosa de la aplicación secuencial de formulaciones
20 individuales. La desventaja de este curso de acción radica en la gran complejidad técnica, ya que se necesitan dos pasos de recubrimiento y además pasos de proceso adicionales. Esto conduce a una duración del proceso claramente ampliada. Además, deben proporcionarse capacidades de almacenamiento

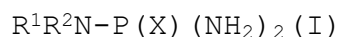
para el almacenamiento intermedio del fertilizante semi-elaborado. Además, se encontró en experimentos de estabilidad en almacenamiento que las concentraciones de NBPT disminuyen
5 inesperadamente de manera rápida en el fertilizante terminado durante el almacenamiento.

Es un objetivo de la presente invención proporcionar una mezcla de inhibidores de ureasa e inhibidores de nitrificación que sea adecuada para su aplicación a
10 fertilizantes que contengan urea y que eviten las desventajas detallada. Además, se debe proporcionar un proceso mejorado para producir fertilizantes tratados con inhibidor de ureasa e inhibidor de nitrificación, que es de baja complejidad técnica y conduce a fertilizantes tratados que tienen una
15 estabilidad de almacenamiento elevada.

Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar una mezcla para el tratamiento de fertilizantes que contienen urea, especialmente para la inhibición de ureasa, que sea estable a almacenamiento durante un período
20 prolongado después de la aplicación a fertilizantes que contienen urea, resista mejor el paso a través de diferentes etapas de distribución, y proteja el ingrediente activo aplicado a la urea de la descomposición o pérdida. La mezcla no afecta negativamente la capacidad del ingrediente activo.

El objetivo se logra de acuerdo con la invención mediante una emulsión para el tratamiento de fertilizantes que contienen urea que comprende una fase acuosa B y una fase
 5 no acuosa A emulsionada con la fase B,

donde la fase A comprende al menos una triamida de ácido (tio)fosfórico de la fórmula general (I) y/o diamida de ácido (tio)fosfórico de la fórmula general (II)



con las siguientes definiciones:

X es oxígeno o azufre,

R¹ y R² son independientemente hidrógeno, 2-nitrofenilo respectivamente sustituido o no sustituido,
 15 alquilo C₁₋₁₀, cicloalquilo C₃₋₁₀, heterocicloalquilo C₃₋₁₀, arilo C₆₋₁₀, heteroarilo C₆₋₁₀ o diaminocarbonilo, donde R¹ y R² juntos con el átomo de nitrógeno que los conecta también pueden formar un radical heterocíclico saturado o no saturado de 5 o 6 miembros que también puede contener opcionalmente
 20 uno o dos heteroátomos adicionales seleccionados del grupo que consiste de nitrógeno, oxígeno y azufre,

como componente A1, disuelto en un solvente orgánico inmiscible en agua como componente A2,

y

donde la fase B comprende ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico, de manera preferente en la forma de una sal de metal de dialquilo, sal de metal alcalinotérreo, 5 sal de diamonio o mezcla del mismo, como componente B1, disuelto en agua.

El objetivo es logrado adicionalmente mediante el uso de esta emulsión como aditivo o composición de recubrimiento para los fertilizantes de nitrógeno que contienen urea.

10 El objetivo se logra adicionalmente por un proceso para producir fertilizantes que contienen urea tratados, que comprenden los pasos de

a) producir separadamente las fases A y B como se define en lo anterior,

15 b) mezclar las fase A y B del paso a) para la producción de una emulsión de las fases A y B,

c) aplicar la emulsión del paso b) a un fertilizante que contiene urea particulado o introducir la emulsión del paso b) en un fertilizante que contiene urea particulado.

20 En una modalidad de la invención, la emulsión y el fertilizante que contiene urea tratado no contiene ninguna estrobilurina o están libres de estrobilurina, como se define, por ejemplo, en WO 2013/121384.

El objetivo se logra adicionalmente de acuerdo con la

invención mediante un fertilizante que contiene urea obtenible por proceso descrito en lo anterior.

Se ha encontrado de acuerdo con la invención que el
5 recubrimiento de los fertilizantes que contienen urea con inhibidores de ureasa específicos y DMPSA como inhibidor de nitrificación es posible en una manera simple cuando los dos ingredientes activos primero se disuelven separadamente en solventes mutuamente inmiscibles, luego una emulsión se
10 prepara de las dos soluciones, y el fertilizante que contiene urea se trata con la emulsión obtenida de esta manera.

Se ha encontrado de acuerdo con la invención que los fertilizantes que contienen urea producidos de esa manera tienen estabilidad de almacenamiento significativamente
15 mejorada con respecto a la volatilidad de los ingredientes activos.

La concentración de NBPT en particular sigue siendo constante durante un período de almacenamiento significativamente más prolongado que es el caso después de
20 la aplicación secuencial de los ingredientes activos. Esto sugiere que los ingredientes activos se absorban en la superficie del fertilizante que contiene urea en una forma diferente que por los procesos conocidos, para dar por resultado de esta manera también un fertilizante que contiene

urea diferentemente tratado.

El uso de la emulsión de la invención para recubrimiento del fertilizante que contiene urea conduce a propiedades
5 físicas alteradas del fertilizante.

De esta manera, la emulsión de la invención permite no solo una aplicación simultánea simple y eficiente de ambos ingredientes activos a los fertilizantes que contienen urea, sino da por resultado una vida de anaquel distintamente más
10 prolongada del producto comparado con los fertilizantes tratados producidos por los procesos existentes.

En contraste con DMPSA, especialmente la forma neutralizada o forma de sal, el uso de DMPP en lugar de DMPSA en la emulsión de la invención y en el proceso de la
15 invención no conduce a productos que tengan vida de anaquel distintamente más prolongada con respecto al inhibidor de ureasa e inhibidor de nitrificación. Especialmente para la combinación DMPP/NBPT, se observaron características de rápida degradación de ambas sustancias cuando se utilizaron
20 en una emulsión que corresponde a la emulsión de la invención.

Las dos sustancias activas, triamida de ácido (tio)fosfórico y/o diamida de ácido (tio)fosfórico como inhibidor de ureasa y DMPSA como inhibidor de nitrificación,

se utilizan en sus formulaciones individuales respectivas. DMPSA se utiliza en una solución acuosa que tiene de manera preferente un pH en el intervalo de 6 a 9, de manera más preferente de 7 a 8. Por lo tanto, DMPSA se utiliza de manera preferente en forma neutralizada como una sal de metal dialcalino, sal de metal alcalinotérreo, sal de diamonio o mezcla del mismo. El inhibidor de ureasa se disuelve en un solvente orgánico inmiscible en agua y se mezcla de manera preferente con un compuesto que contiene un grupo amino o un grupo amino sustituido, especialmente una amina, que tiene un punto de ebullición de más de 100°C. Las aminas en este punto se entiende de manera preferente que excluyen heterociclos, tal como pirazoles, o diciandiamida (DCD).

Las dos formulaciones, que son mutuamente inmiscibles, se combinan en una relación de mezclado particular y se homogeneizan por mezclado breve para dar una emulsión. Esta emulsión es típicamente no estable a través del tiempo, pero conduce a la separación de fases de nuevo incluso después de dejarla reposar durante unos minutos, especialmente si no se utiliza también un auxiliar de dispersión.

Esta mezcla de emulsión se aplica tan pronto como sea posible después de la producción de manera uniforme al fertilizante que contiene urea, de manera preferente en una

mezcla con agitación del fertilizante que contiene urea. La operación de mezclado continúa durante algunos minutos después de que ha terminado la aplicación. El fertilizante
5 que contiene urea tratado terminado se puede secar dejándolo reposar en un saco abierto durante varios días, por ejemplo. Si es necesario, se puede llevar a cabo un paso de secado por separado.

DMPSA (especialmente en la forma neutralizada) tiene
10 buena solubilidad en agua y no se descompone en agua. En el caso del tratamiento de fertilizante que contiene urea particulado sólido, el agua se introduce rápidamente en el fertilizante.

La emulsión para tratamiento de fertilizantes que
15 contienen urea permite la combinación sinérgica de la inhibición de ureasa y la inhibición de nitrificación.

De esta manera, se puede suprimir la emisión adicional de amoníaco que se presenta típicamente en virtud del inhibidor de nitrificación DMPSA presente.

20 En comparación con los inhibidores de ureasa y los inhibidores de nitrificación utilizados separadamente, es posible lograr un efecto comparable con velocidades de aplicación más bajas.

Las pérdidas de nitrógeno del fertilizante que contiene

urea en la aplicación se evitan por la mezcla de la invención.

El fertilizante que contiene urea contiene la emulsión
5 de la invención en tal cantidad que el contenido total de los componentes A y B, con base en la urea presente, es de manera preferente 0.001% a 0.5% en peso, de manera preferente 0.02% a 0.4% en peso, especialmente 0.08% a 0.25% en peso.

Se ha encontrado de acuerdo con la invención que, en
10 particular, el ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico (también referido como DMPSA o DMPBS) en una mezcla con triamidas de ácido (tio)fosfórico de la fórmula general (I) y/o diamida de ácido (tio)fosfóricos de la fórmula general (II) da por resultado mezclas sinérgicamente activas para el
15 tratamiento de fertilizantes que contienen urea.

Las cantidades de uso acostumbrado respectivo del inhibidor de ureasa (componente A) e inhibidor de nitrificación (componente B) se ha reducido de manera distinta de acuerdo con la invención sin pérdida
20 significativa de actividad, tal que la cantidad total del ingrediente activo en la mezcla es solo aproximadamente la mitad de aquella en el caso de la aplicación de las sustancias individuales.

Como se establece en lo anterior, la enzima ureasa

hidroliza urea de manera relativamente rápida hacia amoníaco y dióxido de carbono. El uso de inhibidores de ureasa puede retrasar o desacelerar este proceso.

5 Los inhibidores de nitrificación impiden la conversión prematura del nitrógeno en fertilizantes a nitrato, que simplemente puede ser eliminado por el agua de lluvia, por ejemplo, y por lo tanto se pierde en las plantas.

 Los inhibidores de nitrificación típicos tal como 3,4-
10 dimetilpirazol incrementan típicamente las emisiones de amoníaco de los fertilizantes que contienen urea significativamente, parcialmente debido a que el pH después de la hidrólisis permanece en el intervalo básico por más tiempo. Existe un potencial de emisión de amoníaco claramente
15 mayor a valores de pH elevados que valores de pH más bajos. La formación de N_2O y el lavado de nitrato se reducen mediante el uso de un inhibidor de nitrificación, pero este efecto deseado se produce a costa de las elevadas emisiones de amoníaco y, por lo tanto, de la pérdida de nitrógeno a
20 través del amoníaco.

 Por lo tanto, es común utilizar un inhibidor de ureasa en los fertilizantes que contienen urea, pero no un inhibidor de nitrificación.

 Las triamidas de ácido (tio)fosfórico de la fórmula

general (I) o diamida de ácido (tio)fosfóricos de la fórmula general (II), especialmente triamida de ácido N-(n-butil)tiofosfórico (NBPT) o Triamida de ácido N-(n-propil)tiofosfórico (NPPT), previenen o limitan la emulsión del amoníaco de la urea y las emisiones de amoníaco adicionales en el caso del uso adicional de ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico como inhibidor de nitrificación. Esto significa que no solo es la nitrificación suficientemente inhibida por el inhibidor de nitrificación utilizado y las pérdidas de monóxido de dinitrógeno se reducen en gran medida, sino que las pérdidas de amoníaco también se reducen a tal grado que la urea se estabiliza por más tiempo.

Este efecto se presenta específicamente en el caso del uso del inhibidor de nitrificación DMPSA de la invención en combinación con los inhibidores de ureasa de la invención. La inhibición de la nitrificación y la inhibición de la ureasa se mantienen una junto a la otra con una cantidad de uso reducido de ambos ingredientes activos; ver los resultados descritos en EP-A-3 109 223.

Como resultado, en el caso de la aplicación conjunta del inhibidor de nitrificación DMPSA y el inhibidor de ureasa NBPT, los efectos de los dos inhibidores se mantienen y

mejoran mutuamente entre sí y de tal manera que la cantidad de uso total de los dos ingredientes activo se puede reducir por más de la mitad.

5 Comparada con la cantidad de uso típica de las sustancias individuales en el caso de un solo uso, es posible reducir la cantidad por hasta $2/3$ para DMPSA (por ejemplo de 0.36% en peso a 0.12% en peso), por hasta $1/3$ en el caso de NBPT (por ejemplo de 0.06% en peso a 0.04% en peso), basado
10 en cada caso en la urea. Puesto que DMPSA se utiliza típicamente en una cantidad significativamente mayor que NBPT, la reducción significativa en la cantidad del mismo es aún más importante.

El componente A1 utilizado es al menos una triamida de
15 ácido (tio)fosfórico de la fórmula general (I) y/o una diamida de ácido (tio)fosfórico de la fórmula general (II). Estos pueden ser compuestos individuales o también mezclas de dos o más de estos compuestos. Por ejemplo, pueden ser mezclas como se describen en EP-A-1 820 788.

20 Cada uno de los radicales R^1 y R^2 pueden estar sin sustituir o sustituidos, por ejemplo por halógeno y/o nitro.

Ejemplos de grupos alquilo son metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, ter-butilo, pentilo, isopentilo, neopentilo, ter-pentilo, hexilo, 2-

metilpentilo, heptilo, octilo, 2-etilhexilo, isooctilo, nonilo, isononiolo, decilo e isodecilo. Los grupos cicloalquilo son, por ejemplo, ciclopropilo, ciclobutilo, 5 ciclopentilo, ciclohexilo y ciclooctilo; grupos arilo son, por ejemplo, fenilo o naftilo o 2-nitrofenilo sustituido. Ejemplos de radicales heterocíclicos R_1R_2N- son grupos piperazinilo, morfolinilo, pirrolilo, pirazolilo, triazolilo, oxazolilo, tiazolilo o imidazolilo.

10 Estos compuestos son conocidos como inhibidores de ureasa, por ejemplo, de EP 0 119 487, WO 00/58317 y EP 1 183 220.

Un ejemplo de los compuestos de la fórmula (II) es fosforodiamidato de fenilo.

15 Se da preferencia a las formulaciones que comprenden triamida de ácido N-(n-butilo)tiofosfórico (NBPT) como uno o el único ingrediente activo (componente A1). Si también se utiliza el ingrediente activo adicional, este es de manera preferente un derivado seleccionado del grupo que consiste de 20 triamida de ácido N-ciclohexilo-, N-pentilo-, N-isobutilo- y N-propilfosfórico y las triamidas de ácido tiofosfórico correspondientes. Se da preferencia al uso adicional de NPPT. Se da preferencia particular a estas formulaciones que contienen NBPT o a una mezcla de NBPT y NPPT en cantidades de

40% a 100% en peso, de manera mucho más preferente de 60% a 100% en peso, basado en cada caso en la cantidad total del ingrediente activo del componente A1. En una mezcla de NBPT y NPPT, los compuestos están de manera preferente presentes en una relación en peso de 19:1 a 1:19, de manera preferente de 9:1 a 1:9, de manera más preferente de 8:2 a 2:8, especialmente de manera preferente de 1:1 a 5:1, en particular de 2:1 a 4:1, por ejemplo de aproximadamente 3:1 (75%:25%).

De manera más preferente, solamente NBPT o a una mezcla de NBPT y NPPT, de manera preferente en una relación en peso de 2:1 a 4:1, se utiliza como el componente A1.

Se sabe que las triamidas de ácido tiofosfórico se convierten con relativa facilidad en las correspondientes triamidas de ácido fosfórico. Puesto que en general no se puede descartar completamente la humedad, la triamida de ácido tiofosfórico y la triamida de ácido fosfórico correspondiente se encuentran frecuentemente presentes mezclada entre sí. La expresión "triamida de ácido (tio)fosfórico" en este documento se refiere por lo tanto, tanto a las triamidas de ácido tiofosfórico puro o las triamidas de ácido fosfórico y a mezclas de los mismos.

Se da preferencia particular a las triamidas de ácido N-

alquiltiofosfórico (con $X = S$ y $R^2 = H$) y triamidas de ácido N-alquiltiofosfórico (con $X = O$ y $R^2 = H$).

Estos inhibidores de ureasa se pueden preparar, por ejemplo, por métodos conocidos de cloruro de tiofosforilo, aminas primarias o secundarias y amoníaco, como se describe, por ejemplo, en US 5,770,771. En este caso, en un primer caso, el cloruro de tiofosforilo se hace reaccionar con un equivalente de una amina primaria o secundaria en presencia de una base, y el producto después se convierte a producto final con un exceso de amoníaco.

Los inhibidores de ureasa adecuados adicionales que se pueden utilizar además opcionalmente se describen, por ejemplo, en WO 00/61522, WO 00/58317, WO 02/083697, WO 01/87898, WO 2006/010389. Los compuestos descritos en la presente son, por ejemplo, triamidas de ácido tiofosfórico, triamidas de ácido (tio)fosfórico heterocíclicamente sustituidas, triamidas de ácido N-(2-pirimidinil) y triamidas de ácido (tio)fosfórico y N-fenilofosfórico.

EP-A-1 820 788 especialmente describe mezclas de triamida de ácido N-(n-butilo)tiofosfórico y triamida de ácido N-(n-propil)tiofosfórico.

Estas mezclas se pueden utilizar con referencia particular de acuerdo con la invención así como las

sustancias individuales.

Las triamidas de ácido (tio)fosfórico de la fórmula general (I) o diamida de ácido (tio)fosfóricos de la fórmula
5 general (II) que se utilizan como componente A1 pueden ser sustancias puras o mezclas de dos o más sustancia puras. Como resultado de la síntesis, pueden contener también subproductos de la síntesis del ingrediente activo. En general, el componente A1 está presente en una pureza de al
10 menos 70%.

El componente A1 se disuelve en solvente orgánico inmiscible en agua (componente A2). La expresión "inmiscible en agua" describe solventes orgánicos que tienen una solubilidad en agua de no más de 1 g/L a 20°C. La solubilidad
15 en agua es de manera preferente no más de 100 mg/L a 20°C.

Los solventes adecuados se seleccionan de alcoholes inmiscibles en agua, éteres, ésteres, hidrocarburos, polioles de polialquileno, tal como polialquilenglicoles inmiscibles en agua o derivados de glicol, y éteres de los mismos, amidas
20 líquidas o mezclas de las mismas, de manera preferente de alcoholes inmiscibles en agua, éteres, ésteres o mezclas de los mismos.

El componente A2 se selecciona de manera preferente de 2-propil-1-heptanol, alcohol bencílico, ftalato de dimetilo o

mezclas de los mismos. El 2-Propilheptan-1-ol, por ejemplo, tiene una solubilidad en agua de solo 58 mg/L a 20°C y de esa manera se considera que es insoluble en agua.

5 La fase A contiene de manera preferente 15% a 35% en peso, de manera más preferente 20% a 30% en peso, especialmente 22% a 26.5% en peso del componente A1, con base en el peso total de la fase A.

Además, la fase A también puede incluir al menos un
10 compuesto que contiene un grupo amino o un grupo amino sustituido o una amina que tiene un punto de ebullición de más de 100°C como componente A3.

De manera preferente, el componente A3 es inmiscible en agua; ver la definición anterior.

15 Este compuesto se selecciona de manera preferente de metildietanolamina, tetrahidroxipropiletilendiamina, trimetilaminoetiletanolamina, N,N,N',N'-tetrametilhexano-1,6-diamina, N,N',N''-tris(dimetilaminopropil)hexahidrotriazina, éter 2,2'-dimorfolinilodietílico, N,N,N',N',N'',N'''-
20 hexametil-1,3,5-triazina-1,3,5(2H,4H,6H)-tripropanamina, N,N,N',N'-tetrakis(2-hidroxipropil)etilendiamina o mezclas de los mismos, donde el componente A3 utiliza de manera preferente al menos 0.2 veces la cantidad molar del componente A1. Una función de la amina es estabilizar el

inhibidor de ureasa en la solución orgánica.

El ingrediente activo del componente A1 aplicado a la urea tiene frecuentemente estabilidad en almacenamiento
5 distintamente más alta (al menos 2 a 3 meses) cuando se utiliza en combinación con al menos una amina que tiene un punto de ebullición de más de 100°C como componente A3. El componente A3 contiene al menos un grupo amino, por ejemplo grupo amino primario, secundario o terciario, donde
10 cualquiera de los grupos funcionales adicionales y radicales, por ejemplo hidroxilo, halógeno, carboxi, carbamilo, carbonilo, oxialquilo, mercapto, n-sulfido, sulfóxido, sulfo, fosfo, siloxi, amino, amido, imino, imido, oxiamido etc., pueden estar presentes en el compuesto. El componente A3 se
15 aclara con detalle a partir de ahora por medio del ejemplo como amina.

La amina del componente A3 tiene de manera preferente un punto de ebullición de más de 150°C, de manera más preferente de más de 200°C, a presión ambiente (1 bar). Las aminas
20 pueden ser aminas primarias, secundarias o terciarias o poliaminas que llevan dos o más de estos grupos amino. Las aminas utilizadas son de manera preferente aminas secundarias y/o terciarias. Se da preferencia particular a utilizar aminas terciarias que también pueden estar en forma

polimérica. Se da preferencia a utilizar esas amins que no entran en ninguna reacción química con el ingrediente activo del componente A1 o el solvente adicionalmente en el
5 componente A2. Por ejemplo, las amins del componente A3 se seleccionan de metildietanolamina, tetrahidroxipropiletilendiamina, trimetilaminoetiletanolamina, N,N,N',N'-tetrametilhexano-1,6-diamina, N,N',N''-tris(dimetilaminopropil)hexahidrotriazina,
10 éter 2,2'-dimorfolinilodietílico o mezclas de los mismos.

Para las amins adecuadas adicionales, se puede hacer referencia a WO 2016/103168, especialmente las amins de los grupos L10 a L24 y L29 que se describen en la presente. las amins adecuadas adicionales se describen en WO 2015/001457;
15 ver especialmente el componente (C) en la misma y específicamente las amins descritas como componentes (C1) a (C5). Las amins adecuadas adicionales se describen en WO 2018/007426, especialmente como componente B en la misma, seleccionado de B1 a B4 entre las fórmulas generales (III) a
20 (X). También se puede hacer referencia a los amino alcoholes como se escribe, por ejemplo, en WO 2013/090324.

Las amins se entiende que proponen derivados de amoníaco en los cuales los átomos de hidrógeno se han intercambiado por radicales moleculares orgánicos. Las

moléculas en las cuales los tres átomos de hidrógeno se han intercambiado son referidas como aminas terciarias, aquellas en las cuales dos átomos de hidrógeno se han intercambiado
5 como aminas secundarias, y aquellas en las cuales un átomo de hidrógeno se ha intercambiado como aminas primarias.

Los compuestos que tienen una unión C=N en el caso de la piridina no son parte de la clasificación de amina de la invención.

10 Las aminas cíclicas saturadas tal como piperidina, pirrolidina, solo como sus representantes aromáticos (no saturados) piridina y pirrol, se consideran compuestos heterocíclicos y por consiguiente no como aminas.

El grupo ciano -CN tampoco es un grupo aminoterciario, y
15 el cianuro de hidrógeno (H-CN) no es una amina terciaria.

La expresión genérica "aminas" se utiliza de esta manera para los compuestos NH_2R , NHR^1R^2 y $\text{NHR}^1\text{R}^2\text{R}^3$ que son llamados aminas primarias, secundarias y terciarias, respectivamente. En un sentido adicional, los compuestos que contienen
20 nitrógeno como parte de un anillo y la basicidad de la cual se puede atribuir a este átomo también se pueden referir como "aminas". Por ejemplo, la piperidina, de acuerdo con su estructura química es una amina secundaria cíclica.

Las aminas tal como N-metilpirrolidona (NMP), por

ejemplo, tiene un efecto no estabilizante y por consiguiente tampoco se consideran como aminas utilizables de acuerdo con la invención. La diciandiamida (DCD) tampoco es una amina,
5 sino una amida que solo se conoce con el nombre químico. Este es un derivado de cianamida y guanidina que no tiene una basicidad significativa.

De acuerdo con la invención, el amino "aminas" no incluye de esta manera ni piridinas tampoco guanidinas, urea,
10 tiourea o diciandiamida. Las triamidas de ácido (tio)fosfórico, que son amidas, tampoco se incluyen entre las aminas de acuerdo con la invención.

El componente A3 se utiliza en una cantidad suficiente para incrementar la estabilidad de almacenamiento del
15 ingrediente activo del componente A1 en los fertilizantes que contienen urea. El componente A3 se debe utilizar de manera preferente en al menos 0.2 veces la cantidad molar del componente A1, de manera más preferente en 0.5 a 3 veces la cantidad molar, especialmente en 1 a 2 veces la cantidad
20 molar.

La adición de los auxiliares poliméricos puede mejorar adicionalmente además la acción estabilizante.

De acuerdo con la invención, como un componente C adicional, los polímeros pueden estar presentes en forma

disuelta o dispersa en la fase A. La preferencia se da en este punto a aquellos polímeros que no entran en ninguna de las reacciones químicas con los componentes A1 y B1. Los polímeros se pueden utilizar en solución o emulsión o en forma dispersada. Se da preferencia a utilizar polímeros solubles que tengan de manera preferente un peso molecular promedio en número de al menos 5000. Los polímeros adecuados pueden derivarse de monómeros vinílicos, por ejemplo de estirenos o (met)acrilatos o acrilonitrilo. Por ejemplo, es posible utilizar poliestirenos solubles, polímeros de poliestireno-acrilonitrilo solubles o también aquellos polímeros que contienen cauchos de injerto. Además, por ejemplo, es posible utilizar poliésteres o glicoles de polialquileno. La estabilización de los inhibidores de ureasa del componente A1 se mejora nuevamente por la adición de los polímeros. También se pueden utilizar para liberación retardada de la mezcla en la manera de una liberación controlada. Los constituyentes están de manera preferente presentes en la mezcla en las cantidades que siguen.

La proporción de la amina del componente A3 en la fase A de la invención, si es que está presente, es de manera preferente 1% a 50% en peso, de manera más preferente 2% a 40% en peso, especialmente 3% a 35% en peso. La cantidad del

componente C del polímero opcional es de manera preferente 0% a 50% en peso, especialmente 0% a 25% en peso. En la presencia del componente C, la cantidad es de manera preferente 1% a 50% en peso, especialmente 2% a 25% en peso. La cantidad total de los componentes de la fase A es 100% en peso.

Como el componente B1, la emulsión de la invención contiene ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico (DMPBS o DMPSA) como un compuesto de pirazol que tiene acción inhibidora de nitrificación. Este compuesto es conocido de la técnica anterior y se describe, por ejemplo, en WO 96/24566, WO 2011/032904 y WO 2013/121384.

El ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico es frecuentemente una mezcla de isómeros de ácido 2-(3,4-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico y 2-(2,3-dimetil-1H-pirazol-1-il)succínico, en una relación de manera preferente de aproximadamente 80:20. También es posible utilizar uno de los compuestos individuales. De acuerdo con la invención, se da preferencia a utilizar sales de este/estos compuesto(s), por ejemplo sales de metal (di)alcalino, sales de metales alcalinotérreos o sales de (di)amonio, de manera preferente sales de metal alcalino, específicamente sales de potasio.

De acuerdo con la invención, el nombre "DMPSA" o "DMPBS"

también se entiende que propone las sales mencionadas en lo anterior. La fase B tiene de manera preferente un pH en el intervalo de 6 a 9, de manera más preferente de 7 a 8. El
5 ajuste de este pH se puede lograr a través de usar la cantidad de hidróxido de metal alcalino, hidróxido de metal alcalinotérreo o amoníaco para neutralización de DMPSA.

La fase B debe tener de manera preferente un pH muy cercano a neutro, a fin de evitar la hidrólisis rápida del
10 componente A1 en contacto entre las dos soluciones. Se sabe que NBPT en particular se descompone rápidamente en soluciones acuosas y emulsiones en valores de pH más bajos y también es inestable en valores de pH más altos.

El componente B1 se disuelve en agua. El agua en este
15 punto puede contener adicionalmente pequeñas cantidades de solventes adicionales solubles en agua, por ejemplo alcoholes inferiores, N-metilpirrolidona (NMP) o también opcionalmente sulfóxido de dimetilo (DMSO). La cantidad del mismo puede, por ejemplo, ser de hasta 10% en peso, de manera preferente
20 hasta 5% en peso, con base en el agua y el solvente adicional. Se da preferencia a utilizar agua como el único solvente para la fase B. La expresión "fase acuosa" se describe una fase que tiene un contenido predominante de agua como solvente. Contiene el componente B1 disuelto en agua.

De manera preferente, la fase B contiene 20% a 60% en peso, de manera más preferente 25% a 50% en peso, especialmente 30% a 40% en peso, de componente B1, con base en el peso total de la fase B. Los valores se refieren al ácido libre (DMPSA) o a la forma de sal del mismo, de manera preferente a la forma de sal. En el caso del uso del ácido libre (DMPSA), el límite superior se puede reducir a 45% en peso, de manera preferente 40% en peso, especialmente 35% en peso.

De manera más preferente, la fase B contiene solamente DMPSA y KOH en una relación molar de 2:1, disuelto en agua.

El ácido 2-(N-3,4-dimetilpirazol)succínico se puede preparar por cualquiera de los procesos adecuados que se describen en forma general, por ejemplo, en WO 96/24566. La preparación se lleva a cabo de manera preferente al hacer reaccionar 3,4-dimetilpirazol con ácido maleico o anhídrido maleico. La reacción se forma típicamente en un entorno ácido. Para la preparación de 3,4-dimetilpirazol, se puede hacer referencia a Noyce y colaboradores, Jour. of Org. Chem. 20, 1955, páginas 1681 a o 1682. Además, se puede hacer referencia a EP-A-0 474 037, DE-A-3 840 342 y EP-A-0 467 707, y también a EP-B-1 120 388 y EP-A-3 109 223.

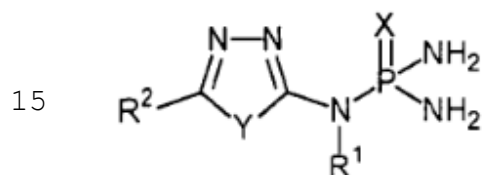
Con respecto a la purificación de 3,4-dimetilpirazol, se

puede hacer referencia a DE-A-10 2009 060 150.

Una preparación preferida se da en EP-A-3 109 223.

El uso del producto de reacción de 3,4-dimetilpirazol
5 con ácido maleico permite que la volatilidad del 3,4-
dimetilpirazol se reduzca significativamente.

De manera preferente, la emulsión y por consiguiente
ambas fase A y fase B están libres de fungicidas, como se
describe, por ejemplo, en WO 2015/104699A2. De manera
10 preferente, el componente A1 no es una triamida de ácido
1,3,4-oxa- y 1,3,4-tiadiazol-2-il(tio)fosfórico de la fórmula
general (I)



donde las definiciones en la fórmula (I) son como sigue:

X, Y = independientemente oxígeno o azufre;

20 R¹, R² = independientemente hidrógeno,
alquil/heteroalquilo C₁-C₈, alquenil/heteroalquenilo C₂-C₈,
alquinil/heteroalquinilo C₂-C₈, cicloalquil/heterocicloalquilo
C₃-C₈, cicloalquenil/heterocicloalquenilo C₃-C₈,
aril/heteroarilo C₆-C₁₀, aralquilo, heteroarilalquilo,
alcarilo, alkheteroarilp, alcoxi, ariloxi, hetariloxi,

alquiltio, ariltio, hetariltio, acilo, aroilo, hetaroilo,
aciloxi, aroiloxi, hetaroiloxi, alcoxycarbonilo,
ariloxycarbonilo, hetariloxycarbonilo, amino, alquilamino,
5 dialquilamino, alquilsulfonilo, arilsulfonilo, flúor, cloro,
bromo, yodo, hidroxí, ciano, nitro, sulfo, carbonilo,
carboxi, carbamoilo, sulfamoilo, donde los radicales R¹ y/o R²
pueden opcionalmente por sí mismos independientemente ser
sustituidos por uno o más de los grupos mencionados en lo
10 anterior,

La fases A y B se mezclan entre sí en estas cantidades
respectivas para proporcionar una emulsión en que los
componentes A1 y B1 están presentes en una relación en peso
de 1:1 a 1:6, de manera preferente 1:1.5 a 1:5, en particular
15 1:2 a 1:4.5, especialmente 1:2.5 a 1:4.

Las emulsiones de la invención pueden, en una modalidad
de la invención, estar libres de emulsionantes o
dispersantes, tal como agentes tensioactivos, que se utilizan
típicamente para estabilización de emulsiones de aceite/agua.
20 Si, como es preferido, la emulsión se produce al mezclar las
fases A y B inmediatamente antes del recubrimiento del
fertilizante que contiene urea particulado sólido, y la
aplicación al fertilizante se lleva a cabo inmediatamente
después, las emulsiones son suficientemente estables para

este período de tiempo requerido corto, tal que es posible dispensarse con el uso adicional de un auxiliar emulsionante o de dispersión. En ese caso, las emulsiones están libres de
5 auxiliares emulsionantes o dispersantes.

En una modalidad alternativa de la invención, las emulsiones contiene emulsionantes/auxiliares emulsionantes o dispersantes/auxiliares de dispersión. La cantidad de los mismos, que se utilizan adicionalmente, es típicamente 0.01%
10 a 5% en peso, de manera preferente 0.02% a 2% en peso, especialmente 0.1% a 1% en peso, con base en la suma total de las fases A y B que agrega hasta 100% en peso. Los emulsionantes adecuados y dispersantes/auxiliares emulsionantes y dispersantes son conocidos por la persona
15 experta en la técnica. Estos puede ser especialmente agentes tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos o anfotéricos. Por ejemplo es posible utilizar agentes tensioactivos no iónicos tal como alcoholes de poliéter de alquilarilo, como se describe, por ejemplo, en WO 97/22568.
20 Se da preferencia particular de acuerdo con la invención al trabajo sin emulsionantes y dispersantes/auxiliares emulsionantes y dispersantes.

Se da preferencia a utilizar soluciones de concentración máxima en la fase A y la fase B, tal que la producción de los

solventes se puede reducir. Sin embargo, la cantidad total de la emulsión debe ser tal que la homogeneidad máxima del recubrimiento de los fertilizantes que contienen urea es posible, donde los contenidos preferidos de los componentes A1 y B1 especificados se aplican al fertilizante.

En el caso de una concentración estándar de 35% en peso del componente B1 en la fase B y 23% en peso del componente A1 en la fase A, las fases A y B se utilizan de manera preferente en una relación en peso de 1:2 a 1:2.5, específicamente de aproximadamente 1:2.3. En el caso de diferentes contenidos de sustancias de la fase A y B, la relación se tiene que ajustar apropiadamente.

La cantidad típica de la emulsión aplicada a un fertilizante que contiene urea es guiada por el contenido de nitrógeno de amida del fertilizante y las cantidades de las concentraciones de los ingredientes activos.

Las mezclas de fertilizantes contienen de manera preferente 100 a 3000 ppm en peso, con base en la urea en el fertilizante, del inhibidor de nitrificación (0.01% a 0.3% en peso), de manera más preferente 0.03% a 0.2% en peso de DMPSA, especialmente 0.04% a 0.18% en peso de DMPSA. De manera preferente, las cantidades se basan en el ácido libre (DMPSA) y se debe incrementar correspondientemente cuando sus

sales se utilizan, por ejemplo por un factor de 1.4.

Las mezclas de fertilizantes que contienen urea que contienen de manera preferente 100 a 800% ppm en peso, basado
5 en el fertilizante, del componente A1 (0.01% a 0.08% en peso), de manera más preferente 0.01% a 0.07% en peso, especialmente 0.018% a 0.06% en peso, del componente A1, especialmente NBPT.

Los componentes A1 y B1 están presentes en el
10 fertilizante de manera preferente en una relación en peso en el intervalo de 1:1 a 1:6, de manera más preferente 1:1.5 a 1:5, en particular 1:2 a 1:4.5, especialmente 1:2.5 a 1:4.

La invención también se refiere a un fertilizante que contiene urea que contiene una emulsión como se describe en
15 lo anterior en tal cantidad que el contenido total de los componentes A1 y B1, basado en la urea presente, es 0.02% a 0.38% en peso. El contenido de los componentes A1 y B1, basado en la urea presente, es de manera más preferente 0.04% a 0.27% en peso, especialmente 0.058% a 0.24% en peso. En el
20 fertilizante que contiene urea, la emulsión se ha aplicado de manera preferente en este punto a la superficie del fertilizante que contiene urea.

Los fertilizantes que contienen urea de la invención se producen por un proceso que comprende los siguiente pasos:

a) producir separadamente las fases A y B como se define en lo anterior,

b) mezclar las fases A y B del paso a) para la
5 producción de una emulsión de las fases A y B,

c) aplicar la emulsión del paso b) a un fertilizante que contiene urea particulado o introducir la emulsión del paso b) un fertilizante que contiene urea particulado.

El mezclado de las fases A y B en el paso b) se puede
10 llevar a cabo a temperatura ambiente o también a temperatura elevada de, por ejemplo, 30 a 60°C. Se da preferencia particular a llevar a cabo el mezclado en una temperatura en el intervalo de 20 a 40°C.

Las fase A y B se pueden mezclar por una mezcladora
15 estática o móvil, por ejemplo un sistema agitador. Las fases A y B se mezclan de manera preferente para producir una emulsión inmediatamente antes de la aplicación de la emulsión al fertilizante que contiene urea particulado, tal que la descomposición de los ingredientes se puede prevenir de
20 manera eficaz. Existe de manera preferente un período de no más de 60 y de manera más preferente no más de 30 segundos entre los pasos c) y b); en particular, el período se debe mantener tan corto como sea posible (menos de 15 segundos).

El paso c) es de manera preferente una aplicación de

pulverización y/o aplicación de tambor de la emulsión al fertilizante que contiene urea. Esto implica de manera preferente el movimiento del fertilizante que contiene urea.

5 Esto también se puede llevar a cabo utilizando auxiliares adicionales, tal como promotores de adhesión o materiales de recubrimiento. Los aparatos adecuados para la realización de esta aplicación son, por ejemplo, bandejas, tambores, mezclas o aparatos del lecho fluidizado, pero la
10 aplicación se puede llevar a cabo en banda transportadoras o en puntos de descarga de las mismas o por medio de transportadores sólidos neumáticos. El tratamiento final con agentes antiaglomerantes y/o agentes antipolvo del mismo modo es posible. Los fertilizantes o emulsiones de la invención se
15 utilizan en la fertilización con los fertilizantes que contienen urea. La aplicación se lleva a cabo de manera preferente en un área de suelo utilizada para agricultura o horticultura, tal como tierras de cultivo.

 El fertilizante que contiene urea está en forma
20 particulada. Puede estar en la forma de polvo, bolitas, compactados o de otra partículas de forma regular o irregular.

 En los fertilizantes que contienen urea, el contenido de urea es de manera preferente 20% a 100% en peso, de manera

más preferente 50% a 100% en peso o 100% en peso. Los posibles ingredientes adicionales son los ingredientes acostumbrados de los fertilizantes NPK.

5 Un fertilizante que contiene urea se entiende que significa, primero de todo, la propia urea. En la calidad del fertilizante típica del mercado, tiene una pureza de al menos 90% y puede, por ejemplo, estar en forma cristalina, granulada, en pelotillas, en bolitas o molida. También se
10 incluirán mezclas de urea con uno o más fertilizantes de nitrógeno, tal como sulfato de amonio, nitrato de amonio, cloruro de amonio, cianamida, diciandiamida (DCD) o nitrato de calcio, y fertilizante de liberación lenta, por ejemplo urea-formaldehído, urea-acetaldehído o condensados de urea-
15 glioxal. También se incluirán además dos abonos multinutrientes que contengan urea que, además del nitrógeno, también contengan al menos un nutriente más, como fósforo, potasio, magnesio, calcio o azufre. Además, también pueden estar presentes los oligoelementos boro, hierro, cobre, zinc,
20 manganeso o molibdeno. Estos fertilizante multinutrientes que contiene urea también pueden ser del mismo modo granulados, compactados, formados en bolitas o molidos, o pueden estar en la forma de una mezcla de cristal. Los fertilizantes que contienen urea también pueden contener uno o más ingredientes

activos adicionales, por ejemplo inhibidores de nitrificación, herbicidas, fungicidas, insecticidas, reguladora de crecimiento, hormonas, feromonas u otros
5 agentes protectores de cultivos o auxiliares de suelo, en cantidades de 0.01% a 20% en peso.

La invención también se refiere a un fertilizante que contiene urea obtenible por el proceso anterior.

Las emulsiones de la invención se pueden utilizar como
10 composición aditiva o de recubrimiento para los fertilizantes de nitrógeno que contienen urea.

Se pueden desarrollar como aditivo en el suelo o sustrato para las plantas antes, después o junto con un fertilizante de nitrógeno que contiene. La emulsión de la
15 invención se puede dosificar separadamente del fertilizante de nitrógeno que contiene urea. Más comúnmente, la emulsión de la invención se aplicará como una composición de recubrimiento al fertilizante de nitrógeno que contiene urea. En el caso de uso adicional como aditivo para los
20 fertilizantes de nitrógeno que contiene urea, las emulsiones de la invención se utilizarán de manera preferente en las emulsiones en una cantidad de 0.001% a 0.5% en peso, basado en el peso de la urea en el fertilizante de nitrógeno y en los componentes A1 y B1.

La invención se aclara con detalle por los ejemplos que siguen.

Ejemplos

5 En los ejemplos que siguen,

NBPT: triamida de ácido N-(n-butilo)-tiofosfórico =
inhibidor de ureasa UI

DMPSA o DMPBS: ácido 2-(N-3,4-
dimetilpirazol)succínico = inhibidor de nitrificación NI

10 A. Ejemplos de preparación para el ácido 2-(N-3,4-
dimetilpirazol)succínico (DMPSA)

La preparación se lleva a cabo como se escribe en EP-A-3
109 223 en el ejemplo 1 o 2.

B. Producción de las fases A y B

15 Se prepararon 79 g de una formulación de DMPSA como una
formulación de pH neutro, acuosa al 35% en peso de DMPSA como
la sal de dipotasio.

Se prepararon 35 g de una formulación de NBPT como una
solución anhidra al 23% en peso de NBPT en 2-propil-1-
20 heptanol con la adición de 46% en peso de una mezcla de
N,N,N',N',N'',N''-hexametil-1,3,5-triazina-1,3,5(2H,4H,6H)-
tripropanamina y N,N,N',N'-tetrakis(2-hidroxipropil)-
etilendiamina.

C. Aplicación de las fases A y B al fertilizante

20 kg de urea granulada se cargaron inicialmente en una mezcladora. 35 g de la formulación de NBPT y 79 g de la formulación de DMPSA se introdujeron en una botella de pulverización y se agitaron hasta que se había formado una emulsión homogénea. La emulsión de la formulación se roció inmediatamente sobre la urea, con agitación intermitente de la botella de pulverización a fin de impedir el asentamiento de la emulsión. La mezcladora se hizo funcionar durante 10 minutos adicionales hasta que se obtuvo un producto homogéneo.

En un experimento comparativo, se aplicaron cantidades idénticas de DMPSA y NBPT a la urea. La formulación de DMPSA se aplicó primero a la urea mediante el método descrito en lo anterior, y la formulación de NBPT se aplicó después del secado.

Se condujeron pruebas de estabilidad en almacenamiento para ambos fertilizantes de urea tratados. Se almacenaron durante un período de 90 días bajo condiciones estándares en un gabinete con clima controlado. El contenido de NBPT y DMPSA se determinó en intervalos de tiempo. La Figura 1 muestra la disminución en el contenido de NBPT y DMPSA a través del tiempo después del número de días especificados para la formulación comparativa.

La Figura 2 muestra los resultados de la prueba de estabilidad para los fertilizantes que contienen urea de la invención en la cual se aplicaron DMPSA y NBPT como una
5 mezcla de emulsión.

Es evidentemente claro a partir de las figuras que la disminución tanto en DMPSA como en NBPT fue significativamente más pequeña para los fertilizantes que contienen urea producidos de acuerdo con la invención que en
10 el experimento comparativo.

D. Experimentos de disolución

Además, se condujeron experimentos de disolución para DMPSA y NBPT:

En medios acuosos, la solubilidad de NBPT era demasiado
15 pequeña para obtener una concentración suficientemente alta. La velocidad de aplicación de la solución sería demasiado alta para la aplicación a fertilizantes.

Aunque ambas estancias activas eran solubles en una cantidad suficiente en solventes orgánicos estándares, se
20 produjeron reacciones químicas después de un corto tiempo entre la NBPT y los componentes de solvente o entre las dos sustancias activas, lo que provocó la degradación.

De esto se puede inferir que no hay forma de mantener estables las dos sustancias activas juntas en el mismo

sistema de solvente en concentraciones adecuadas.

E. Experimentos comparativos

En el experimento comparativo, en lugar de una
5 formulación de DMPBS, se utilizaron 79 g de una formulación
de DMPP en la forma de una formulación de pH neutro, acuosa
al 35% en peso en la fase B. De otra manera, el procedimiento
fue como se describe en los ejemplos B. y C.

Para ambos fertilizantes de urea tratados, se observaron
10 características de degradación rápida tanto para NBPT como
para DMPP. Después de un período de 7 días, aproximadamente
50% de DMPP y el 100% de NBPT se habían descompuesto. De los
dos cromatogramas de HPLC para los dos fertilizantes de urea
tratados se puede concluir que hubo reacciones químicas entre
15 las dos sustancias que condujeron a la degradación de DMPP y
NBPT.