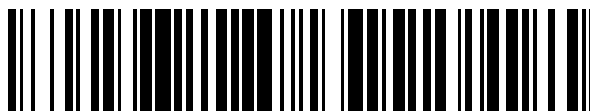


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 388 710**

51 Int. Cl.:

C05G 3/08 (2006.01)

C07F 9/22 (2006.01)

C05C 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09726930 .2**

96 Fecha de presentación: **26.03.2009**

97 Número de publicación de la solicitud: **2262819**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.12.2010**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de triamidas a partir de amoniaco y amidodicloruros**

30 Prioridad:
02.04.2008 EP 08153960

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
17.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
17.10.2012

73 Titular/es:
BASF SE
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:
BOCK, Michael;
HUTTENLOCH, Oliver;
DECK, Patrick;
BEY, Oliver;
SCHELLING, Heiner y
SIEGERT, Markus

74 Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

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).

ES 2 388 710 T3

DESCRIPCION

Procedimiento para la obtención de triamidas a partir de amoniaco y amidodicloruros

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de triamidas a partir de amoniaco y dicloruros de amida.

- 5 De la descripción y las reivindicaciones, así como de los ejemplos, se pueden extraer formas de ejecución preferentes. Las combinaciones de formas de ejecución preferentes no abandonan el ámbito de la invención.

10 Triamidas de ácido tiofosfórico, especialmente triamida de ácido N-n-butiltiofosfórico (NBPT), son inhibidores de ureasa eficaces, que se aplican en composiciones de fertilizante basadas en urea. Mediante tales inhibidores de ureasa se puede mejorar la eficiencia de la fertilización de urea, ya que se reducen pérdidas a través de la degradación de urea en el suelo catalizada por ureasa (Trenkel, M. E., "Controlled-Release and Stabilized Fertilizers in Agriculture", IFA 1997, ISBN: 2-9506299-0-3; páginas 30 y siguientes).

15 En la US 5 770 771 se describe un procedimiento para la obtención de triamidas de ácido hidrocarbilitiofosfórico. En este procedimiento se mezclan amonio y dicloruro de N-hidrocarbilamonio en una cámara de reacción en una proporción de 16 : 1, produciéndose una mezcla de reacción que contiene triamida de ácido hidrocarbilitiofosfórico, y queda en disolución en el cloruro amónico formado como producto secundario en el amonio añadido en gran exceso. El tiempo de residencia de la mezcla de reacción en el reactor asciende a 1 hasta 10 minutos. La separación del producto de valor se efectúa por medio de destilación.

20 En la WO 2007/054392 se describe un procedimiento para la separación de ácidos a partir de mezclas de reacción, que se emplea para la obtención de triamidas de ácido alquiltiofosfórico a partir de amoniaco y dicloruro de alquiltiofosforilo, un amido-dicloruro. El amoniaco gaseoso se conduce a través de una disolución de amido-dicloruro y se hace reaccionar. El tiempo de residencia de la mezcla de reacción en el reactor asciende a 60 minutos. El producto de valor se aísla por medio de separación de fases, se precipita en la fase mediante reducción de la temperatura, y se purifica a través de un paso de filtración.

25 En la WO 98/31691 se describe un procedimiento para la obtención de triamidas de hidrocarbilitiofosfórico a partir de amoniaco y dicloruro de hidrocarbilaminotiofosfórico, un amido-dicloruro. En este caso se introduce amoniaco en un reactor que contiene amino-dicloruro y se hace reaccionar, ascendiendo el tiempo de reacción de la mezcla de reacción en el reactor a 90 minutos. El producto de valor se purifica en un evaporador de capa fina.

30 La DE 10 2005 053541 da a conocer un procedimiento en el que se hace reaccionar dicloruro de alquiltiofosforilo, a modo de ejemplo dicloruro de N-n-butiltiofosforilo, con amoniaco en una proporción molar preferentemente de 2 a 15 moles de amoniaco por mol de cloruro de tiofosforilo para dar el producto deseado alquilo - o triamida de ácido ariltiofosfórico, a modo de ejemplo triamida de ácido N-n-butiltiofosfórico (NBPT), a temperaturas preferentemente entre -20°C y 50°C.

35 Se descubrió que en un tiempo de reacción más largo se forman productos de reacción oligómeros y polímeros a partir del producto triamida y el educto amido-dicloruro, que aumentan el peso molecular medio de la mezcla de reacción, y reducen la calidad del producto de valor.

Una fracción elevada de productos secundarios oligómeros dificulta el manejo en el procedimiento y aumenta los costes de obtención. Las impurezas apenas se pueden separar difícilmente del producto de valor por destilación, y una recristalización está vinculada a un gasto de instalaciones y energético considerable.

40 Por lo tanto, era tarea de la presente invención poner a disposición un procedimiento que reduce la formación de productos de reacción oligómeros y polímeros en la obtención de triamidas a partir de amoniaco y amido-dicloruro.

Este problema se solucionó mediante un procedimiento para la obtención de triamidas a partir de amoniaco y amido-dicloruros, mezclándose los eductos entre sí sin remezclado, y haciéndose reaccionar los mismos, caracterizado porque la concentración de amido-dicloruro en el órgano de mezclado se sitúa en cualquier momento por debajo de un 0,2 (mol/mol) % de la mezcla de reacción, referido al volumen de la mezcla de reacción.

45 En una forma de ejecución del procedimiento según la invención, el tiempo de mezclado de eductos se sitúa por debajo de un segundo.

En una forma de ejecución del procedimiento según la invención, la mezcla de eductos se efectúa por medio de tobera, mezclador rotor-estator, bomba de mezclado de reacción, o mezclador de chorro con tobera.

En otra forma de ejecución del procedimiento según la invención, la mezcla se traslada a un reactor tubular.

En otra forma de ejecución del procedimiento según la invención, el reactor tubular es un cambiador de calor.

En otra forma de ejecución del procedimiento según la invención, los eductos se enfrían antes del mezclado en tal medida que no se presenta una reacción digna de mención en el órgano de mezclado.

- 5 En otra forma de ejecución del procedimiento según la invención, el calor de reacción se descarga a través de amoniaco en evaporación.

En otra forma de ejecución, la descarga de reacción del reactor tubular se traslada a una columna, y la triamida se extrae en la cola de la columna.

En otra forma de ejecución, la triamida es una triamida de ácido N-alquiltiofosfórico.

- 10 La obtención de triamida es conocida en sí por el especialista, o es posible según métodos conocidos en sí por el especialista. También la obtención de amido-dicloruro requerido para la obtención de triamidas es conocida en sí por el especialista, o es posible según métodos conocidos en sí por el especialista. El amido-dicloruro requerido para la obtención de la triamida según la invención, que se emplea en el procedimiento según la invención como sustancia de empleo, se puede obtener, a modo de ejemplo, como se describe en la WO 2007/054392, a partir de la reacción de triclóruos con al menos una amina primaria o secundaria en un disolvente.

Un disolvente apropiado es, a modo de ejemplo, acetato de etilo. No obstante, también todos los demás disolventes conocidos, preferentemente polares, como ésteres y cetonas o tetrahidrofurano (THF).

- 20 La mezcla de reacción de esta reacción contiene amido-dicloruros y se puede emplear directamente en el procedimiento según la invención para la reacción con amoniaco para dar triamida. Alternativamente, el amido-dicloruro se puede aislar a partir de la mezcla de reacción, y emplear purificado para la reacción con amoniaco. La mezcla de eductos se efectúa sin remezclado según la invención. En el procedimiento según la invención, "mezclado exento de remezclado" significa que los eductos se mezclan entre sí tan rápidamente que durante el proceso de mezclado no se efectúa una reacción de los eductos digna de mención, o una reacción en absoluto. En general reacciona menos de un 5 (mol/mol) % de amido-dicloruro. También puede reaccionar más de un 20 (mol/mol) % de amino-dicloruro. No obstante, preferentemente no más de un 10 (mol/mol) %.

- 30 La concentración de amido-dicloruro en el órgano de mezclado se sitúa habitualmente por debajo de un 0,5 (mol/mol) % de mezcla de reacción en cualquier momento durante el proceso de mezclado dentro de la operación según la invención, referido al volumen de la mezcla de reacción, preferentemente por debajo de un 0,3 (mol/mol) %, referido al volumen de la mezcla de reacción. En una forma de ejecución especialmente preferente, la concentración de amido-dicloruro en el órgano de mezclado se sitúa por debajo de un 0,2 (mol/mol) %, referido al volumen de la mezcla de reacción, en cualquier momento durante el proceso de mezclado. En este caso, operación según determinación significa la operación continua excluyendo la puesta en funcionamiento y la interrupción de la operación.

- 35 El tiempo de mezclado de los eductos es preferentemente muy corto, y se sitúa en el intervalo de segundos. En general, el tiempo de mezclado se sitúa por debajo de cinco segundos, preferentemente por debajo de dos segundos. En una forma de ejecución especialmente preferente, el tiempo de mezclado de los eductos en el órgano de mezclado se sitúa por debajo de un segundo.

- 40 En el presente procedimiento, se entiende por tiempo de mezclado el intervalo de tiempo desde la introducción de los eductos en el órgano de mezclado hasta el cierre del proceso de mezclado. En este caso, el tiempo de mezclado se define según el documento VTB Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden, parte 4, Stoffvereinigung in fluiden Phasen, página 84, párrafo 3. Es habitual una calidad de mezclado técnica de un 95 %.

- 45 La mezcla de amido-dicloruro con amoniaco líquido se efectúa habitualmente en un órgano de mezclado. La mezcla se efectúa preferentemente con cizallamiento elevado ante el reactor de reacción. Según órgano de mezclado empleado, los eductos se pueden introducir preferentemente en forma líquida, pero también en forma gaseosa. En el procedimiento según la invención, órgano de mezclado significa cualquier depósito o cualquier dispositivo en el que se mezclan entre sí dos o más sustancias mediante elementos de inserción que se encuentran en el órgano de mezclado, o mediante el impulso que reciben los eductos en la adición, por ejemplo a través de una tobera. En dependencia de la medida de la carga de reacción se pueden emplear diferentes órganos de mezclado. A escalas de laboratorio más reducidas, para el especialista son empleables órganos de mezclado conocidos en sí, como agitadores, por ejemplo agitadores de hélice, agitadores de disco, agitadores de vigas cruzadas o agitadores de paleta plana transversal con un alto índice de revoluciones. En una forma de ejecución preferente se emplean agitadores de paleta plana transversal con un índice de revoluciones de 500 a 1000 rpm, preferentemente 600 a 900

rpm, en especial preferentemente 750 a 850 rpm. El índice de revoluciones del agitador de paleta plana transversal, a modo de ejemplo 800 rpm, es suficiente para conseguir tiempos de mezclado cortos según la invención. A escalas mayores, en una forma preferente de ejecución, el órgano de mezclado es una tobera, un mezclador rotor-estator, una bomba de mezclado de reacción o un mezclador de chorro con tobera. El órgano de mezclado es preferentemente una tobera o un mezclador de chorro con tobera. En una forma de ejecución especialmente preferente, el órgano de mezclado es una tobera. Se describen formas de ejecución preferentes, pero no limitantes, en VTB Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden, parte 4, Stoffvereinigung in fluiden Phasen, sección 3.5 y 3.6.

Para el enfriamiento de la mezcla de reacción se puede emplear amoníaco en exceso, de modo que tras el mezclado se evapora una parte de amoníaco (refrigeración por evaporación).

Amido-dicloruro y amoníaco se añaden al órgano de mezclado normalmente en una proporción molar de 2 a 25 moles de amoníaco por mol de amido-dicloruro. Preferentemente se añaden al órgano de mezclado más de 2 moles de amoníaco por mol de amido-dicloruro. De modo más preferente se añaden al órgano de mezclado 16 o menos de 16 moles, pero más de 2 moles de amoníaco por mol de amido-dicloruro. De modo especialmente preferente se añaden al órgano de mezclado 2 a 15, de modo muy especialmente preferente 3 a 10 moles de amoníaco por mol de amido-dicloruro. Es especialmente preferente una proporción molar de 4 a 6 moles de amoníaco por mol de amido-dicloruro.

En una forma de ejecución preferente, los eductos se enfrían antes del comienzo del mezclado en tal medida que antes del final del tiempo de mezclado no se efectúa una reacción digna de mención. A tal efecto, los eductos se enfrían a menos de 10°C, preferentemente menos de 5°C, de modo especialmente preferente menos de 1°C. En una forma de ejecución especialmente preferente, los eductos se enfrían a menos de 0°C.

Tras mezclado exento de remezclado en el órgano de mezcla, la reacción de los eductos se efectúa en general en un reactor. En una forma de ejecución preferente, el reactor es un reactor tubular o un reactor de columna de burbujas con circulación en bucles. En una forma de ejecución especialmente preferente, el reactor es un reactor tubular. Ya que la reacción de amido-dicloruros y amoníaco es fuertemente exotérmica, de modo especialmente preferente se emplea un reactor tubular que es un cambiador de calor.

La temperatura de la reacción en el reactor tubular se mantiene a temperaturas habituales para esta reacción. Esta se sitúa preferentemente de -30°C a 50°C, preferentemente de -10°C a 10°C, de modo especialmente preferente de -5°C a 8°C.

La descarga de reacción del reactor tubular se traslada en general a un dispositivo en el que se separa el producto de valor de amoníaco. En el caso del dispositivo se trata preferentemente de una columna en cuya cola se extrae el producto de valor.

Todos los pasos de procedimiento pueden tener lugar sin presión o también bajo presión. En la puesta en práctica de los pasos de procedimiento bajo presión, la sobrepresión se sitúa preferentemente en menos de 50 bar, preferentemente menos de 10 bar.

La puesta en práctica de la reacción se puede llevar a cabo de manera discontinua o continua.

El amoníaco separado del proceso se puede devolver de nuevo al procedimiento de modo conocido por el especialista.

En una forma de ejecución preferente, con el procedimiento descrito anteriormente se obtienen triamidas de ácido N-alquiltiofosfórico. En un procedimiento especialmente preferente se obtiene triamida de ácido N-n-butiltiofosfórico (NBPT) y triamida de ácido N-propiltiofosfórico, o una mezcla de los mismos.

Las triamidas de ácido tiofosfórico, especialmente triamida de ácido N-n-butiltiofosfórico (NBPT), son inhibidores de ureasa eficaces, que se aplican en composiciones fertilizantes basadas en urea. Mediante inhibidores de ureasa se puede mejorar la eficiencia de fertilización de urea, ya que se reducen pérdidas debidas a la degradación de urea en el suelo, catalizada por ureasa (Trenkel, M. E., "Controlled-Release and Stabilized Fertilizers in Agriculture", IFA 1997, ISBN: 2-9506299-0-3).

Las triamidas de ácido tiofosfórico obtenidas según la invención se emplean habitualmente como adición a fertilizantes minerales y/u organico-minerales que contienen urea.

Como es sabido, las triamidas de ácido tiofosfórico se hidrolizan con relativa facilidad para dar las correspondientes triamidas de ácido fosfórico. En presencia de humedad, las triamidas de ácido tiofosfórico y sus correspondientes triamidas de ácido fosfórico se presentan generalmente en mezcla entre sí. Por lo tanto, el concepto "triamida de

ácido fosfórico" en el ámbito de esta invención designa tanto las triamidas de ácido tiofosfórico puras, como también sus mezclas con las correspondientes triamidas de ácido fosfórico.

5 En este caso, la reacción según la invención de tricloruro de ácido tiofosfórico con al menos una amina y amoníaco en un disolvente inerte en un disolvente inerte con ayuda de al menos una base, que forma una sal de hidrocloreto con cloruro de hidrógeno, para la obtención de triamidas de ácido tiofosfórico, se efectúa preferentemente en las siguientes proporciones molares:

en una forma de ejecución ventajosa se emplea 1 mol de amina aproximadamente por mol de cloruro de tiofosforilo. La amina se emplea preferentemente en una proporción molar de 0,9 a 1,1 moles por mol de cloruro de tiofosforilo, de modo especialmente preferente de 0,95 a 1,05 moles de amina por mol de tricloruro de ácido tiofosfórico.

10 La base auxiliar empleada se puede recuperar fácilmente, de modo ventajoso mediante neutralización con una base más fuerte. La sal básica de la base más fuerte se puede recuperar mediante extracción a través de separación de fases con amoníaco (US 5 770 771).

15 La descarga de reacción se puede liberar de disolvente, base auxiliar y restos eventuales de amoníaco mediante destilación, y secar a continuación, a modo de ejemplo en vacío a temperaturas menores que 95°C, preferentemente menores que 75°C, de modo especialmente preferente menores que 65°C. Para el secado subsiguiente del producto es también posible emplear un evaporador de capa fina, que se acciona en vacío a unos 90°C preferentemente.

La invención se explica más detalladamente en los siguientes ejemplos de ejecución, pero sin efectuar de este modo una correspondiente limitación.

Ejemplos

20 Los ensayos llevados a cabo en la caldera por cargas se realizaron con diferentes tiempos de mezclado, con 10 y 23 moles de NH_3 /mol de PSCl_3 . Los rendimientos alcanzados en los ejemplos 1 y 2 según la invención se sitúan por encima de los conocidos por el estado de la técnica, a modo de ejemplo los del documento US 5 770 771, de un 92,4 %.

25 El tiempo de mezclado de los ensayos se calculó mediante un método conocido por el especialista (Mischzeitcharakteristik, Stieß, Mechanische Verfahrenstechnik, tomo 1, páginas 232 y siguientes; mezclado y agitación, Grundlagen und moderne Verfahren für die Praxis, Baden-Baden, 1998, páginas 43-49) y Computational Fluid Dynamics (CFD) Methoden.

Ejemplo 1

Substancias de empleo:

30	56,25 g	de acetato de etilo	
	25,41 g	de PSCl_3	0,15 moles

Reacción:

	18,75 g	de acetato de etilo	
	23,64 g	de tripropilamina (TPA)	0,165 moles
35	7,77 g	de n-butilamina	0,106 moles
	2,7 g	de n-propilamina	0,046 moles
	20 g	de acetato de etilo	1,5 moles

Síntesis de dicloruro

40 Se dispusieron 56,25 g de acetato de etilo con 25,41 g de cloruro de tiofosforilo. La suspensión de dicloruro se obtuvo después bajo adición de 23,64 g de tripropilamina, 7,77 g de n-butilamina y 2,7 g de n-propilamina.

Síntesis de triamida de ácido tiofosfórico

En una instalación de presión enfriada a -20 grados se dispusieron 25,5 g de amoníaco líquido bajo 4 bar de presión. En este depósito se introdujeron 5 g de acetato de etilo (EE) por medio de una bomba. Bajo agitación (órgano de mezclado: agitador de paleta plana transversal, $n = 800 \text{ min}^{-1}$) se añadieron 132,6 g de suspensión de dicloruro por medio de una bomba de émbolo oscilante, no ascendiendo la temperatura en el recipiente de reacción por encima de 0°C mediante enfriamiento. Después de trasladar la suspensión de dicloruro al recipiente de reacción se bombearon otros 15 g de EE en el recipiente de reacción.

El tiempo de mezclado de los eductos en esta carga con este órgano de mezclado ascendía a 3 s.

Por medio de HPLC se determinó el rendimiento de reacción en un 68,3 % de NBPT, un 25,4 % de NPPT, conjuntamente un 93,7 % de producto de valor.

10 Ejemplo 2

Substancias de empleo

56,25 g	de acetato de etilo	
25,41 g	de PSCl_3	0,15 moles

Reacción:

15	18,75 g	de acetato de etilo	
	23,64 g	de tripropilamina (TPA)	0,165 moles
	7,77 g	de n-butilamina	0,106 moles
	2,7 g	de n-propilamina	0,046 moles
	51,1 g	de NH_3	3,0 moles
20	20 g	de acetato de etilo	1,5 moles

Síntesis de dicloruro

Se dispusieron 56,25 g de acetato de etilo con 25,41 g de cloruro de tiofosforilo. La suspensión de dicloruro se obtuvo después bajo adición de 23,64 g de tripropilamina, 7,77 g de n-butilamina y 2,7 g de n-propilamina.

Síntesis de triamida de ácido tiofosfórico

- 25 Se enfrió una instalación de presión a -20 grados. Se dispuso 51,1 g de amoníaco en esta instalación de presión a través de una balanza, la presión ascendía a 4 bar. Se puso en funcionamiento una bomba conectada con 5 g de EE. Bajo agitación (órgano de mezclado: agitador de paleta plana transversal, $n = 800 \text{ min}^{-1}$) se añadieron 133,5 g de suspensión de dicloruro por medio de una bomba de émbolo oscilante. Mediante enfriamiento, la temperatura en el recipiente de reacción no sobrepasó 0°C. Tras adición completa de la suspensión de dicloruro se añadieron 15 g de EE a la carga. El tiempo de adición ascendía a 43 min, la temperatura en el recipiente de reacción se situaba entre -10,3 y 0°C.

El tiempo de mezclado de los eductos en esta carga con este órgano de mezclado ascendía a 3 s.

Por medio de HPLC se determinó el rendimiento de la reacción en un 70,5 % de NBPT, un 25,9 % de NPPT, conjuntamente un 96,4 % de producto de valor.

35 Ejemplo 3 - ejemplo comparativo

Substancias de empleo

Depósito:

56,25 g	de acetato de etilo
---------	---------------------

25,41 g de PSCl_3 0,15 moles

Reacción:

18,75 g de acetato de etilo

23,64 g de tripropilamina (TPA) 0,165 moles

5 7,77 g de n-butilamina 0,106 moles

2,7 g de n-propilamina 0,046 moles

25,5 g de NH_3 1,5 moles

20 g de acetato de etilo 1,5 moles

Síntesis de dicloruro

10 Se dispusieron 56,25 g de acetato de etilo con 25,41 g de cloruro de tiofosforilo. La suspensión de dicloruro se obtuvo después bajo adición de 23,64 g de tripropilamina, 7,77 g de n-butilamina y 2,7 g de n-propilamina.

Síntesis de triamida de ácido tiofosfórico

15 Se enfrió una instalación de presión a -20 grados. Se dispuso 25,5 g de amoníaco en esta instalación de presión a través de una balanza, la presión ascendía a 4 bar. Se puso en funcionamiento una bomba conectada con 5 g de EE. Bajo agitación (órgano de mezclado: agitador de paleta plana transversal, $n = 100 \text{ min}^{-1}$) se añadieron 133,6 g de suspensión de dicloruro por medio de una bomba de émbolo oscilante. Mediante enfriamiento, la temperatura en el recipiente de reacción no sobrepasó 0°C . Tras adición completa de la suspensión de dicloruro se añadieron otros 15 g de EE a la carga. El tiempo de mezclado de los eductos en esta carga con este órgano de mezclado ascendía a 35 s.

20 Por medio de HPLC se determinó el rendimiento de la reacción en un 60,6 % de NBPT, un 24,5 % de NPPT, conjuntamente un 85,1 % de producto de valor.

Ejemplo 4

25 Se mezclan entre sí 275,14 kg/h de una mezcla (0°C) de dicloruro (63,0 kg/h), tripropilamina (4,4 kg/h), hidrocloreuro de tripropilamina (55 kg/h) y acetato de etilo (152,43 kg/h) con 107,3 kg/h de amoníaco líquido (0°C) en una tobera de mezclado con un tiempo de mezclado de $< 0,1 \text{ s}$. La mezcla se efectúa con fuerte cizallamiento y bajo un descenso de presión elevado.

El producto de mezcla se alimenta a un reactor tubular portador de presión. La mezcla de productos se elabora por destilación en condiciones térmicas suaves, a bajas presiones. Se producen 49,07 kg/h de triamida de ácido tiofosfórico (NBPT) en la salida de la etapa de reacción.

30

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la obtención de triamidas a partir de amoníaco y amido-dicloruros, caracterizado porque los eductos se mezclan entre sí sin remezclado y se hacen reaccionar, y la concentración de amido-dicloruro en el órgano de mezclado se sitúa en cualquier momento por debajo de un 0,2 (mol/mol) % de mezcla de reacción, referido al volumen de la mezcla de reacción.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tiempo de mezclado de los eductos se sitúa por debajo de un segundo.
- 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado porque la mezcla de eductos se efectúa por medio de tobera, mezclador rotor-estator, bomba de mezcla de reacción o mezclador de chorro con tobera.
- 10 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la mezcla se traslada a un reactor tubular.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el reactor tubular es un cambiador de calor.
- 6.- Procedimiento según la reivindicación 4 o 5, caracterizado porque los eductos se enfrían a menos de 0°C antes del mezclado.
- 15 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 4 o 5, caracterizado porque en el reactor tubular se descarga el calor de reacción por medio de amoníaco en evaporación.
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 4 o 5, caracterizado porque la descarga de reacción del reactor tubular se traslada a una columna.
- 9.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la triamida se extrae en la cola de la columna.
- 20 10.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la triamida es triamida de ácido N-alquiltiofosfórico.