

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 538 481**

51 Int. Cl.:

**A61K 47/38** (2006.01)

**A61F 13/15** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.05.2008 E 08754694 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2015 EP 2148700**

54 Título: **Composiciones y partículas que contienen fibras celulósicas e inhibidores de ureasas estabilizados y/o activados, así como métodos de fabricación y uso de las mismas**

30 Prioridad:

**23.05.2007 US 931682 P**

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

**22.06.2015**

73 Titular/es:

**INTERNATIONAL PAPER COMPANY (100.0%)  
6400 POPLAR AVENUE  
MEMPHIS, TN 38197, US**

72 Inventor/es:

**TAN, ZHENG;  
GOYAL, GOPAL C. y  
SHAVER, LINNEA J.**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 538 481 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**

Composiciones y partículas que contienen fibras celulósicas e inhibidores de ureasas estabilizados y/o activados, así como métodos de fabricación y uso de las mismas

5 La presente solicitud reivindica el beneficio de prioridad en virtud de 35 USC §119(e) a la solicitud de patente provisional de Estados Unidos 60/931.682, presentada el 23 de Mayo de 2007, que se incluye en su totalidad en la presente memoria por referencia.

**Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones que contienen inhibidores de ureasas estabilizados y/o activados, así como métodos de fabricación y uso de las mismas.

**10 Breve descripción de los dibujos**

Figura 1: Proceso de fabricación de pasta papelera que indica los puntos de adición en el mismo para las composiciones de la presente invención.

Figura 2: Resultados de estudios comparativos de degradación de PPDA en pasta papelera a temperatura ambiente.

Figura 3: Resultados de estudios de envejecimiento de muestras de pasta papelera.

15 Figura 4: Resultados de estudios de envejecimiento de hojas tratadas.

Figura 5: Resultados de estudios comparativos de envejecimiento por desuso de pasta papelera tratada con PPDA.

Figura 6: Resultados de estudios de envejecimiento de muestras de pasta papelera en bolsa zip lock.

**Descripción detallada de la invención**

20 Los inventores han descubierto composiciones que contienen fibras celulósicas y triamida de ácido n-butiltiofosfórico (NBPT) activada como inhibidor de ureasas.

La composición de la presente invención puede contener NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1. Las ureasas son proteínas muy conocidas, producidas por microorganismos para descomponer y/o degradar urea y/o ureas modificadas. Ejemplos de ureasas, microorganismos que producen ureasas, así como inhibidores de ureasas se pueden encontrar en "Improving Efficiency of Urea Fertilizers by Inhibition of Soil Urease Activity", por S. Kiss y M. Simihaian, que se publicó en 2002 por Kluwer Academic Publishers, pero no se limitan a los descritos en esta referencia. Otros ejemplos de inhibidores de ureasas se pueden encontrar en las patentes de Estados Unidos 4.539.037 y 6.828.014; solicitud de patente PCT publicada WO 98/26808; publicaciones de solicitudes de patentes de Estados Unidos 2006/0029567 y 2007/0077428.

30 El documento WO 2007/041039 A describe fibras celulósicas con formulación inhibidora de olores que comprende fosforodiamidato de fenilo y poli(propilenglicol).

Otros ejemplos de inhibidores de ureasas incluyen compuestos orgánicos e inorgánicos. Los ejemplos de compuestos inorgánicos incluyen compuestos de boro, fluoruros, y compuestos de azufre. Los ejemplos de compuestos orgánicos incluyen compuestos orgánicos de boro ácidos, hexametilentetramina, derivados de urea, ditiocarbamatos, disulfuros de tiuram, sulfuros, xantatos, ácidos hidroxámicos tales como los ácidos mono- y dihidroxámico, maleimidias, hidrazida maleica, ácido mucoclórico, bromo-nitro compuestos, compuestos heterocíclicos de azufre, compuestos que contienen fósforo y compuestos que contienen fosforotioato, fosforomonoamidatos, fosforodiamidatos, tiofosforodiamidatos, fosforodiamidato de fenilo (PPDA), polifosforodiamidas, ésteres de ácido fosforodiamídico, diamidofosforotiolatos, diamidotiofosforotiolatos, triamidas de ácido fosfórico, triamidas de ácido tiofosfórico, triamida de ácido fosfórico N-alquilado, triamida de ácido ciclohexil-fosfórico, triamida de ácido N-butiltiofosfórico, triamida de ácido N-butiltiofosfórico, y cualquiera de sus mezclas.

45 Según el término "alquilado" usado anteriormente, el inhibidor de ureasas contiene un grupo alquilo. El grupo alquilo puede ser de cualquier número de átomos de carbono y se puede modificar además por una funcionalidad amina, hidroxilo, éster, éter, y/o carboxilo/carbonilo. Preferiblemente, el grupo alquilo no se modifica y contiene de 1 a 12 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono. Además, el grupo alquilo puede ser un grupo metilo, etilo, N-propilo, isopropilo, N-butilo, iso-butilo, terc-butilo, pentilo, ciclopentilo, hexilo, y ciclohexilo. En consecuencia, el grupo alquilo puede ser cíclico y/o puede ser aromático.

50 La composición puede contener NBTP como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 en cualquier cantidad, que incluye de 0,05 ppm a 10% en peso, preferiblemente de 1 ppm a 2% en peso, más preferiblemente de 5 ppm a 5.000 ppm, lo más preferiblemente de 10 a 1500 ppm de NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, basado en el peso total de la composición.

La composición de la presente invención puede contener al menos un estabilizante. En este sentido el estabilizante estabiliza preferiblemente el inhibidor de ureasas cuando está presente en la composición. Los ejemplos de estabilizantes incluyen, pero no se limitan a, óxidos de alquileno tales como los que tienen de 2 a 6 átomos de carbono, poli(óxidos de etileno), óxidos de etileno, óxidos de propileno, poli(óxidos de propileno), óxidos de dietileno, 5 óxidos de dipropileno, glicerina, dipropilenglicol, etilenglicol, poli(propilenglicol), etilenglicoles sustituidos tales como metoxietilenglicoles, éteres de etilenglicol tales como éter monobutílico de etilenglicol y éter monoetilico de etilenglicol.

El estabilizante puede tener cualquier temperatura de fusión ( $T_m$ ). En una realización el estabilizante puede ser un líquido a temperatura ambiente y tener una temperatura de fusión que no es mayor que la temperatura ambiente. En otra realización, el estabilizante puede estar en forma de un sólido a temperatura ambiente y tener una temperatura de fusión que es al menos la temperatura ambiente, preferiblemente de la temperatura ambiente a 125°C, más preferiblemente al menos 60°C.

La composición puede contener el al menos un estabilizante en cualquier cantidad, que incluye de 0,1 a 99,99% en peso basado en el peso total de la composición, preferiblemente de 0,1 a 10% en peso basado en el peso total de la composición, más preferiblemente de 0,1 a 5% en peso basado en el peso total de la composición.

La composición puede contener al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1.

Los activadores pueden ser 2,2,6,6-tetrametilpiperidina y sus derivados, 2,2,6,6-Tetrametilpiperidin-1-oxilo (TEMPO), 4-hidroxi-2,2,6,6-Tetrametilpiperidin-1-oxilo (4-hldroxl-TEMPO), 4-oxi-TEMPO, 4-acetamido-TEMPO, y fosfonooxi-TEMPO, así como sus mezclas. Además, se puede usar cualquiera de estos activadores en combinación con cualquier oxidante y/o enzima oxidativa. Ejemplos de oxidantes son los perboratos y percarbonatos. Un ejemplo de una enzima oxidativa es la lacasa (ejemplos de reductasas).

La composición puede contener el al menos un activador como se define en la reivindicación 1 en cualquier cantidad, que incluye de 1 ppm a 10% en peso, preferiblemente de 100 ppm a 10% en peso, más preferiblemente de 0,1% en peso a 10% en peso, basado en el peso total de la composición.

La composición de la presente invención también puede contener al menos una sustancia inerte. Los ejemplos de sustancias inertes pueden incluir, pero no se limitan a, desecantes, talco, polvo de talco, estearatos, estearato cálcico, ácido esteárico, palmitatos, zeolitas, cloruro cálcico, carbonato cálcico, cloruro amónico, sílice anhídrica, silicatos cálcicos, aluminosilicatos tales como Hydrex, tierra de diatomeas, fosfatos, fosfato sódico, fosfatos potásicos, fosfatos amónicos, fosfatos cálcicos, hidroxiapatita, polímeros superabsorbentes, polivinil-polipirrolidona (PVPP), alúmina, sílice, y sus mezclas. Las sustancias inertes preferibles incluyen las que tienen compuestos formadores de barreras contra la humedad y compuestos absorbentes de la humedad. Ejemplos de compuestos absorbentes de humedad son los desecantes.

Si la partícula inerte es una partícula superabsorbente, la partícula superabsorbente puede ser de cualquier tamaño y forma tal como un polvo, una fibra, o un disco. En una realización, la partícula superabsorbente puede ser no mayor que 1000  $\mu\text{m}$ , preferiblemente no mayor que 100  $\mu\text{m}$ .

La composición puede contener la al menos una sustancia inerte en cualquier cantidad, que incluye de 0,1 a 10% en peso, basado en el peso total de la composición.

La composición de la presente invención también puede contener al menos un agente de conservación. Los ejemplos del agente de conservación incluyen, pero no se limitan a, parabenos, poliparabeno, benzoatos, ésteres benzoato, ácidos fenolsulfónicos, y sus mezclas.

La composición de la presente invención puede contener al menos una fibra celulósica. Los ejemplos de la fibra celulósica incluyen fibra derivada de árboles de madera dura, árboles de madera blanda, o de una combinación de árboles de madera dura y de madera blanda, preparada para usar en una materia prima de fabricación de papel y/o materia prima de pasta papelera en copos por cualquier adecuada operación conocida de digestión, refinación, y blanqueo. Las fibras celulósicas pueden ser fibras recicladas y/o fibras vírgenes. Las fibras recicladas se diferencian de las fibras vírgenes en que las fibras han pasado por el proceso de secado al menos una vez. En algunas realizaciones, al menos una parte de las fibras de celulosa/pasta papelera se pueden proporcionar a partir de plantas herbáceas no leñosas, que incluyen, pero no se limitan a, kenaf, cáñamo, yute, lino, sisal, o abacá, aunque restricciones legales y otras consideraciones pueden hacer que el uso del cáñamo y de otras fuentes de fibras sea imposible o no práctico. Cualquier fibra de pasta papelera blanqueada o no blanqueada se puede utilizar en el proceso de esta invención. Pastas papeleras de alto rendimiento y/o pastas papeleras mecánicas tales como TMP, CMP, y BCTMP se incluyen también como fibra celulósica de la presente invención.

Preferiblemente, las fuentes de las fibras de celulosa son de especies de madera blanda y/o madera dura. En una realización, la fuente es madera blanda. En otra realización, la fuente es al menos 50% en peso, a veces al menos 95% en peso de madera blanda basado en el peso total de las fibras.

La composición de la presente invención puede contener la fibra celulósica en cualquier cantidad, que incluye al menos 60% en peso de fibras celulósicas, preferiblemente al menos 70% en peso, más preferiblemente al menos 80% en peso, lo más preferiblemente al menos 90% en peso, basado en el peso total de la composición.

5 Además, las fibras celulósicas, preferiblemente fibras celulósicas de madera blanda y/o madera dura, contenidas en la composición de la presente invención se pueden modificar por medios físicos y/o químicos. Los ejemplos de medios físicos incluyen, pero no se limitan a, medios electromagnéticos y mecánicos. Los medios para modificaciones eléctricas incluyen, pero no se limitan a, medios que implican poner en contacto las fibras con una fuente de energía electromagnética tal como la luz y/o corriente eléctrica. Los medios para modificaciones mecánicas incluyen, pero no se limitan a, medios que implican poner en contacto un objeto inanimado con las fibras.  
10 Ejemplos de tales objetos inanimados incluyen aquellos con bordes afilados y/o romos. Tales medios también implican, por ejemplo, medios de corte, amasado, trituración, ensartado, etc.

Ejemplos de medios químicos incluyen, pero no se limitan a, medios convencionales de modificación química de fibras que incluyen reticulación y precipitación de complejos sobre ellas. Ejemplos de tal modificación de fibras pueden ser, pero no se limitan a, los encontrados en las patentes siguientes 6.893.473; 6.592.717, 6.592.712, 15 6.582.557, 6.579.415, 6.579.414, 6.506.282, 6.471.824, 6.361.651, 6.146.494, H1.704 5.731.080, 5.698.688, 5.698.074, 5.667.637, 5.662.773, 5.531.728, 5.443.899, 5.360.420, 5.266.250, 5.209.953, 5.160.789, 5.049.235, 4.986.882, 4.496.427, 4.431.481, 4.174.417, 4.166.894, 4.075.136, y 4.022.965. Otra modificación de fibras se encuentra en las publicaciones de patentes de Estados Unidos Números 20060185808; 20060260773; 20070051481; 20070119556; 20070193707; 20070277947; y 20080066878.

20 La fibra celulósica puede también estar en forma de finos (fibras muy cortas). Fuentes de "Finos" se pueden encontrar en fibras SaveAll, corrientes de recirculado, corrientes de rechazo, corrientes residuales de fibras. La cantidad de "finos" presentes en la composición se puede modificar adaptando la velocidad a la que tales corrientes se añaden al proceso de fabricación de papel y/o proceso de fabricación de pasta papelera en copos.

En una realización, cualquiera de las fibras mencionadas anteriormente se puede tratar de manera que tenga un brillo ISO alto. Ejemplos de tales fibras tratadas de esta manera incluyen, pero no se limitan a, los descritos en la publicación de patente de Estados Unidos Número 2006-0185808; solicitud de patente de Estados Unidos 11/445.809 titulada "Pulp and Paper Having Increased Brightness", presentada el 2 de Junio de 2006; y solicitud de patente de Estados Unidos 11/446.421 titulada "IMPROVED PROCESS FOR MANUFACTURING PULP, PAPER AND PAPERBOARD PRODUCTS", presentada el 2 de Junio de 2006. La fibra puede tener cualquier brillo, 25 incluyendo al menos 80, al menos 85, al menos 90, y al menos 95 Brillo Iso.  
30

La fibra celulósica puede tener cualquier brillo y/o blancura CIE. Ejemplos de medida de blancura CIE y de la obtención de tales blancuras en una fibra y papel fabricado a partir de ello se pueden encontrar, por ejemplo, en la patente de Estados Unidos 6.893.473.

35 La composición puede contener o no contener agua. En una realización, la composición puede contener al menos una fibra celulósica, al menos un inhibidor de ureasas, al menos un estabilizante y preferiblemente nada de agua sustancialmente. En otra realización, la composición puede contener al menos una fibra celulósica, NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1, y opcionalmente agua.

40 En una realización de la presente invención, la composición puede contener al menos una fibra celulósica, NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, y al menos un polímero que tiene una temperatura de fusión de desde la temperatura ambiente a 125°C. Preferiblemente, el polímero es también un estabilizante como se ha discutido anteriormente. La composición puede contener o no contener agua, pero preferiblemente no contiene nada de agua sustancialmente. La composición puede contener una partícula superabsorbente. Cuando la composición contiene una partícula superabsorbente, la partícula superabsorbente 45 puede tener cualquier tamaño de partícula. Preferiblemente, el tamaño de partícula de la partícula superabsorbente no es mayor que 100 µm. Preferiblemente, la composición en sí está en forma de una partícula. Más preferiblemente, el polímero proporciona un revestimiento sobre la al menos una fibra celulósica. Incluso más preferiblemente, el NBPT como inhibidor de ureasas, como se define en la presente reivindicación 1, y opcionalmente la partícula superabsorbente están presentes en el revestimiento polimérico de la al menos una fibra 50 celulósica.

En una realización particular, cuando NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 y al menos una fibra celulósica están presentes en la composición de la presente invención, se prefiere que de 0,5 ppm a 10% en peso del NBPT como inhibidor de ureasas esté presente, basado en la cantidad total de la fibra celulósica. Cuando al menos un estabilizante, NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente 55 reivindicación 1, y al menos una fibra celulósica están presentes en la composición de la presente invención, se prefiere que de 0,1 a 20% en peso del estabilizante esté presente, basado en la cantidad total de la fibra celulósica. Cuando al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1, NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, y al menos una fibra celulósica están presentes en la composición de la presente invención, se prefiere que de 1 ppm a 10% en peso del activador esté presente, basado en la cantidad

total de la fibra celulósica. Cuando al menos una sustancia inerte, NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, al menos una fibra celulósica y opcionalmente al menos un estabilizante y/o al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1 están presentes en la composición de la presente invención, se prefiere que de 0,1 a 10% en peso de la sustancia inerte esté presente, basado en el peso total de la composición.

La composición de la presente invención puede contener también compuestos opcionales tales como agentes abrillantadores ópticos, blanqueadores, biocidas, enzimas, y almidón.

La composición de la presente invención se puede preparar mediante cualquier manera convencional de poner en contacto o mezclar NBPT, como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, con al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1; opcionalmente al menos una sustancia inerte, y opcionalmente al menos una fibra celulósica. El NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, se puede poner en contacto en serie, consecutiva y/o simultáneamente con al menos un estabilizante y/o al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1; opcionalmente al menos una sustancia inerte, y opcionalmente al menos una fibra celulósica.

La puesta en contacto anterior se puede realizar a cualquier temperatura. En una realización, la puesta en contacto se puede llevar a cabo a una temperatura que es mayor que la temperatura de fusión del estabilizante de tal manera que el NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 se disuelve en el estabilizante. Posteriormente, la composición resultante se puede enriar, preferiblemente a temperatura ambiente.

En una realización, una composición que contiene el NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 y el estabilizante se pone en contacto con al menos una superficie de una banda de fibra. La composición se puede aplicar a toda la superficie de al menos un lado de la banda de solo una fracción o parte de la misma.

En una realización, NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 se mezcla con al menos un estabilizante y/o al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1; y opcionalmente al menos una sustancia inerte para formar la composición. Después la mezcla se puede poner en contacto con al menos una fibra celulósica. Esta puesta en contacto puede realizarse en cualquier etapa convencional durante los procesos de fabricación de papel o fabricación de pasta papelera en copos. La Figura 1 representa estos procesos generales y proporciona puntos de contacto preferibles, es decir 1-6, en los que la mezcla se pone en contacto con al menos una fibra celulósica. Puntos de contacto preferibles durante este proceso general son aquellos puntos representados como 2-11 en la Figura 1. Los puntos de contacto más preferibles durante este proceso general son aquellos puntos representados como 3-11 en la Figura 1. Además, la puesta en contacto puede realizarse mediante cualquier método general de poner en contacto una mezcla con al menos una fibra celulósica, tal como pulverización, revestimiento por cortina, revestimiento, revestimiento con rodillo, revestimiento con cuchilla, revestimiento con paleta, revestimiento con prensa encoladora, etc. Métodos generales de revestimiento pueden ser los mencionados y descritos en libros de texto tales como los descritos en el "Handbook for pulp and paper technologists" por G.A. Smook (1992), Publicaciones Angus Wilde. Los métodos preferidos de puesta en contacto incluyen métodos de revestimiento tales como pulverización de líquidos, pulverización de masa fundida en caliente, revestimiento por cortina líquida y revestimiento por cortina de masa fundida en caliente. Métodos más preferidos de puesta en contacto incluyen pulverización con tobera hidráulica, pulverización de atomización, pulverización electrostática, y pulverización de masa fundida en caliente. El método más preferido de puesta en contacto incluye pulverización hidráulica y pulverización de masa fundida en caliente.

Cuando la NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 y el estabilizante se ponen primero en contacto uno dentro de otro antes de la aplicación a la fibra, las concentraciones de la NBPT como inhibidor de ureasas y el estabilizante pueden ser concentraciones cualesquiera, que incluyen de 0,1 a 10% en peso, 0,5 a 7% en peso, 1 a 5% en peso, y 2 a 4% en peso, basado en el peso total de la NBPT como inhibidor de ureasas y estabilizante siempre que las concentraciones sean tales que la NBPT como inhibidor de ureasas haya mejorado la estabilidad antes del contacto con la fibra. Estas concentraciones son aplicables cuando la NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 y el estabilizante se ponen en contacto en forma sólida y/o líquida de manera que el inhibidor de ureasas se disuelve y/o se encapsula por el estabilizante. Nuevamente, las concentraciones pueden ser mucho mayores cuando la NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 y el estabilizante se ponen en contacto, tales como en los casos en estado sólido o en casos de formación de emulsiones, suspensiones, coloides, y similares.

En otra realización, cuando la composición contiene NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 mezclado con al menos un estabilizante y/o al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1; y opcionalmente al menos una sustancia inerte para formar la composición; la composición se puede poner en contacto con al menos una fibra celulósica cuando la fibra es un miembro de una banda de fibras celulósicas. En este caso, nuevamente cualquiera de los métodos de puesta en contacto anteriores se puede utilizar de manera que al menos una superficie de la banda se pone en contacto con la composición. Sin embargo, la banda puede tener dos lados y/o superficies para ello; y ambas superficies se pueden poner en contacto simultánea o consecutivamente con la composición mediante cualquiera de los anteriores métodos de puesta en contacto.

- 5 Cuando la composición que contiene NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1, al menos un estabilizante y/o al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1, y opcionalmente al menos una sustancia inerte se mezcla con al menos una fibra celulósica, la relación en peso de la mezcla a la fibra celulósica puede ser cualquier relación en peso, preferiblemente menor que 1:4, más preferiblemente menor que 1:9, lo más preferiblemente menor que 1:10. Cuando esta mezcla reviste a la fibra celulósica, cualquier peso de revestimiento es aceptable. Preferiblemente, el peso de revestimiento es menor que 20% en peso, preferiblemente menor que 15% en peso, más preferiblemente menor que 10% en peso, lo más preferiblemente menor que 5% en peso, basado en el peso total de la composición incluyendo la fibra celulósica.
- 10 Después de la etapa de puesta en contacto mencionada anteriormente, la composición resultante opcionalmente se puede secar y/o solidificar.
- 15 En una realización particular, la NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 se pone en contacto con al menos un estabilizante opcionalmente en presencia de una sustancia inerte y preferiblemente en nada de agua sustancialmente. La NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 se puede disolver o no, pero se disuelve preferiblemente en el al menos un estabilizante. La mezcla se pone después en contacto con al menos un material celulósico como se ha descrito anteriormente.
- 20 En otra realización, NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 se pone en contacto con al menos un activador como se define en la presente reivindicación 1 en ausencia o presencia de agua. La mezcla se pone después en contacto con al menos un material celulósico como se ha descrito anteriormente.
- 25 La composición de la presente invención es preferiblemente una composición controladora del olor. La composición controladora del olor puede inhibir, evitar, reducir, y/o retrasar la producción de olores en presencia de fluidos corporales. Ejemplos de tales fluidos corporales incluyen orina, urea, sangre, fluido menstrual, materia fecal, heces, etc. La composición puede controlar el olor causado por el crecimiento de microorganismos en presencia de tales fluidos corporales. Ejemplos de los microorganismos de interés son aquellos que son capaces de descomponer la urea en amoníaco. En una realización, es muy preferible que la composición de la presente invención sea controladora del olor, pero no inhibe, evita, reduce, y/o retrasa el crecimiento de microorganismos tales como los que son capaces de descomponer la urea en amoníaco.
- 30 Además, la composición de la presente invención reduce preferiblemente la energía necesaria para convertir y/o desviar la composición a un producto de pasta papelera en copos en comparación con composiciones convencionales no tratadas de pasta papelera en copos. Además, la composición tiene preferiblemente propiedades de absorción de líquidos que no se ven significativamente afectadas y/o reducidas en comparación con pasta papelera en copos no tratada.
- 35 La presente invención también se refiere a un artículo que contiene, o se forma a partir de, cualquiera de las composiciones mencionadas anteriormente de la presente invención. El artículo de la presente invención es preferiblemente una composición controladora del olor. El artículo controlador del olor puede inhibir, evitar, reducir, y/o retrasar la producción de olores en presencia de fluidos corporales. Ejemplos de tales fluidos corporales incluyen orina, urea, sangre, fluido menstrual, materia fecal, heces, etc. El artículo puede controlar el olor causado por el crecimiento de microorganismos en presencia de tales fluidos corporales. Ejemplos de los microorganismos de interés son aquellos que son capaces de descomponer la urea en amoníaco. En una realización, es muy preferible que el artículo de la presente invención sea controlador del olor, pero no inhibe, evita, reduce, y/o retrasa el crecimiento de microorganismos tales como los que son capaces de descomponer la urea en amoníaco.
- 40 Ejemplos del artículo incluyen artículos absorbentes y pasta papelera en copos. Ejemplos de artículos absorbentes pueden incluir artículos de higiene personal y otros fabricados de pasta papelera en copos. Ejemplos de artículos o productos de higiene personal incluyen pañales, pasta papelera en copos, productos de incontinencia para adultos, productos de higiene femenina tales como compresas higiénicas, etc.
- 45 En realizaciones adicionales de la presente invención, las composiciones y/o artículos se pueden combinar con fibras y/o artículos no tratados que se conocen normalmente. En el caso de las fibras, las fibras tratadas y composiciones que contienen las mismas se pueden poner en contacto, combinar y/o mezclar de alguna manera con fibras no tratadas para producir composiciones y/o artículos que contienen una mezcla de fibras tratadas y no tratadas.
- 50 La presente invención se refiere también a un método para reducir la producción de amoníaco a partir de urea en presencia de al menos un microorganismo poniendo en contacto una cualquiera o más de las composiciones y/o artículos mencionados anteriormente con urea y al menos un microorganismo.
- 55 La presente invención describe también un método para reducir la degradación de NBPT como inhibidor de ureasas como se define en la presente reivindicación 1 añadiendo un estabilizante al mismo, especialmente en presencia de una fibra, de manera que permanece una cantidad eficaz de NBPT como inhibidor de ureasas en la composición y/o artículo para reducir la producción de amoníaco cuando está en presencia de urea y al menos un microorganismo. El tiempo adecuado para una vida útil puede ser al menos una semana, al menos 4 semanas, al menos 6 semanas, al

menos 15 semanas, al menos 18 semanas, al menos 28 semanas, y al menos 52 semanas. El tiempo adecuado puede incluir al menos 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 15, 20, 25, 28, 30, 35, 40, 45, 50, 52, 75, 104, 208, y 416 semanas.

Tal como se usan a lo largo de la invención, los intervalos son una forma breve para describir todos y cada de los valores que están dentro del intervalo, incluyendo todos los subintervalos en los mismos.

5 **Ejemplos**

Prueba de amoníaco bacteriano

Preparación de muestras de almohadilla de prueba

1. Colocar un soporte no tejido en la pantalla formadora de almohadilla SCAN de 50 mm de diámetro, conectar el tubo, tarar, y colocarlo en el formador de la pieza de prueba SCAN.
- 10 2. Pesar 0,60 g de pasta papelera reducida a fibras. Las fibras deben ser "en copos", bien dispersas, y extendidas uniformemente en el plato de pesaje.
3. Esparcir 0,40 g de SAP uniformemente sobre la fibra.
4. Iniciar el vacío y alimentar la SAP/fibra en el cono formador a través del tubo de alimentación, asegurando que ambos materiales se introducen simultáneamente.
- 15 5. Separar el ensamble almohadillado del formador y pesar. Comprimir ligeramente la almohadilla y separar el tubo.
6. Levantar de la pantalla el soporte no tejido con la almohadilla.
7. Presionar a ~3 mm.
8. Sellar la almohadilla envuelta en no tejido en una bolsa de plástico ziplok hasta las pruebas.

Preparación de las disoluciones de prueba

20 Constitución de orina sintética

MgSO <sub>4</sub> ,	0,66 g/750 ml
KCl,	4,47 g/750 ml
NaCl,	7,6 g/750 ml
Urea	18 g/750 ml
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ,	3,54 g/750 ml
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ,	0,745 g/750 ml

Caldo nutriente

Preparación de organismos bacterianos y disoluciones de prueba

- 25 Un cultivo en caldo de *Proteus mirabilis* ATCC #7002 se propaga en caldo nutriente AOAC a 37 +/- 2°C durante 24 horas. Este cultivo de 24 horas contiene ~10<sup>9</sup> UFC/ml. El cultivo se diluyó además en una mezcla de orina sintética/nutriente, para dar una concentración bacteriana final de ~10<sup>8</sup> UFC/ml. La orina sintética se ha complementado con caldo nutriente AOAC para dar una concentración final de 25%. Esta es la disolución de inóculo de prueba.

- 30 Una alícuota de esta disolución se diluye en serie en AOAC tampón fosfato agua. Diluciones de 10<sup>-5</sup>, 10<sup>-6</sup>, 10<sup>-7</sup>, y 10<sup>-8</sup> se colocan en placas para determinar el número real de UFC/ml en la disolución de inóculo de prueba.

La composición final de la disolución de inóculo de prueba es:

75% de orina sintética  
 25% de caldo nutriente  
 10<sup>8</sup> UFC/ml de *Proteus mirabilis*

**Medida de amoníaco**

5 La almohadilla se coloca, lado tela formadora hacia arriba, en un frasco de septos estéril de 120 ml con boca ancha (soporte no tejido quitado). La almohadilla se inocula con 15 ml del organismo de prueba diluido en orina sintética con caldo nutriente AOAC al 25%, es decir, la disolución de inóculo de prueba. El frasco se sella e incuba a 35 +/- 2°C .

10 Al final del periodo de exposición indicado se mide el amoníaco en el espacio en cabeza del frasco sellado usando el sistema Drager. El extremo de muestreo del tubo Drager está dotado de una aguja que se inserta a través del septo. Se inserta una aguja de ventilación para permitir la retirada de la muestra gaseosa. El extremo opuesto del tubo de medición se une a la bomba Drager. El amoníaco se retira de acuerdo con las especificaciones del fabricante para el tubo y la medida registrada.

**Ejemplo 1 (Comparativo)**

15 Se transformó pasta papelera de madera blanda blanqueada en hojas de prueba. Una disolución de 400 ppm de fosfordiamidato de fenilo (PPDA) se pulverizó sobre las hojas de prueba, para tener un contenido de PPDA de 400 ppm en las hojas de pasta papelera. Las hojas se secaron con un secador de cilindro de laboratorio a 195°F (90,55°C).

20 La pasta papelera tratada con PPDA se trituró después mediante un molino de martillos de laboratorio para convertirla en fibras en copos. Las fibras en copos tratadas se mezclaron después con partículas de SAP (polímero superabsorbente) al 40% en peso, y se transformaron en almohadillas para las pruebas subsiguientes de generación de amoníaco con Proteus Mirabilis en orina sintética. Para control se usaron copos de pasta papelera con SAP al 40%.

La Tabla 1 muestra el resultado de la prueba. Es obvio que los copos de pasta papelera tratados con PPDA evitaron completamente cualquier generación de amoníaco en pruebas de 8 horas y 12 horas.

Tabla 1

	prueba de 8 horas		prueba de 12 horas	
	<b>concentración de NH3</b>	<b>% de reducción de copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>	<b>concentración de NH3</b>	<b>% de reducción de copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de PPDA	0 ppm	100 %	0 ppm	100 %
Copos de pasta papelera no tratados - control	650 ppm		1025 ppm	

25 **Ejemplo 2 (Comparativo)**

30 Se trataron hojas de prueba de pasta papelera de madera blanda con 5 ppm, 50 ppm, 100 ppm y 400 ppm de PPDA respectivamente en la pasta papelera. A continuación se ensayó del mismo modo que en el ejemplo 1. El resultado indicó que no se formó amoníaco. El % de reducción de NH3 por los copos de pasta papelera tratados frente a los copos de pasta papelera no tratados es 100%. No se generó amoníaco a partir de cualesquiera de los copos de pasta papelera tratados.

Tabla 2

	prueba de 8 horas	prueba de 12 horas
	<b>% de reducción de NH3 por copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>	<b>% de reducción de NH3 por copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>
Copos de pasta papelera tratados con 6 ppm de PPDA	99 %	92 %
Copos de pasta papelera tratados con 50 ppm de PPDA	100 %	100 %
Copos de pasta papelera tratados con 100 ppm de PPDA	100 %	100 %
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de PPDA	100 %	100 %

Ejemplo 3 (Comparativo)

- 5 Pastas papeleras de madera blanda blanqueadas que se trataron con 400 ppm de PPDA se almacenaron en estante como pasta papelera seca en condiciones ambientales durante 18 semanas y 20 semanas. Las muestras de pasta papelera envejecidas se transformaron en copos y se probaron para la generación de amoníaco por bacterias como en el ejemplo 1. El resultado mostró que el PPDA dentro de la pasta papelera celulósica no era estable, y perdió toda su eficacia frente a la generación de amoníaco en 20 semanas.

Tabla 3

	prueba de 8 horas	prueba de 12 horas
	<b>% de reducción de NH3 por copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>	<b>% de reducción de NH3 por copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de PPDA -- almacenados durante 18 semanas	12 %	22 %
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de PPDA -- almacenados durante 20 semanas	0 %	3 %

- 10 La prueba de cromatografía HPLC en la muestra de 20 semanas no mostró PPDA restante en la pasta papelera. La muestra de 18 semanas tenía trazas de PPDA restante.

Ejemplo 4 (Comparativo)

Se sabe que el PPDA no es estable en agua. Pero se sabe que el PPDA seco es estable.

- 15 Por esta razón, sería de esperar que la pasta papelera en copos (que es seca) tratada con PPDA tenga estabilidad suficiente en almacenamiento antes de su uso (que se humedecería por la orina y otros fluidos acuosos).

Sin embargo, fue una gran sorpresa que el PPDA, cuando se aplicaba en la pasta papelera celulósica se degradaba muy rápidamente, como lo muestra la Tabla 4 a continuación. De hecho se degradaba más rápidamente en la hoja seca (aunque solamente tiene 50% de humedad en el aire) que el PPDA disuelto en agua. Esto se puede mostrar en la Figura 2.

- 5 Por tanto, hay una necesidad crítica de estrategias que puedan retrasar o reducir las degradaciones de inhibidor de ureasas. Esta es una realización abordada por la presente invención.

Tabla 4

	400 ppm de PPDA en pasta papelera seca almacenada a temperatura ambiente y 50% de humedad		1000 ppm de PPDA en pasta papelera seca almacenada a temperatura ambiente y 50% de humedad		1000 ppm de PPDA disuelto completamente en agua a temperatura ambiente
Días de almacenamiento	Concentración de PPDA restante en pasta papelera, ppm	% de degradación	Concentración de PPDA restante en pasta papelera, ppm	% de degradación	% de degradación
1					5,5 %
2					5,3 %
3					6,3 %
4					6,7 %
7	179	55,3 %	374	62,6 %	
9					14 %
14	77	80,8 %	133	86,7 %	
21	53	86,8 %	95	90,5 %	
28	28	93,0 %	38	96,2 %	
35	17	95,8 %	16	98,4 %	
42	7	98,3 %	7	99,3 %	
49	2	99,5 %	2	99,8 %	
56	2	99,5 %	3	99,7 %	

Ejemplo 5 (Comparativo)

- 10 Hojas de pasta papelera de madera blanda blanqueada se trataron (rociaron) respectivamente con: 1) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución acuosa; 2) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200; 3) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200 al 90% y polvo de talco al 10%. Todas las muestras se secaron en un bote secador a 195°F (90,55°C). Se almacenaron a temperatura ambiente (23°C) y en cámara de 50% de humedad. El contenido de PPDA restante en las muestras de pasta papelera seca se analizó por HPLC.
- 15

Los resultados en la siguiente ilustración mostraron que PEG, o PEG con partículas de talco, pueden todos reducir la degradación de PPDA en pastas papeleas celulósicas secas en comparación con la pasta papelera control (tratada con PPDA/agua y secada).

Tabla 5. Envejecimiento a 23°C y 50% de HR

	400 ppm de PPDA en pasta papelera del agua	400 ppm de PPDA en pasta papelera del PEG	400 ppm de PPDA en pasta papelera del PEG/talco
Semanas de envejecimiento, 23°C, 50% de HR	PPDA restante	PPDA restante	PPDA restante
1	179		
2	77		
3	53	100	140
4	28	94	53
5	17	43	
6	7		
7	2		

Ejemplo 6 (Comparativo)

- 5 Hemos descubierto que PEG y dipropilenglicol (que habíamos usado como sustancia química para reducir la degradación de PPDA en pasta papelera) tenían muy poca degradación de PPDA, lo que también se corrobora con nuestro anterior hallazgo de que se podría usar PEG para reducir sustancialmente la degradación de PPDA en la pasta papelera en copos tratada. Ver Tabla 6 y Figura 4.

Tabla 6. Preparación de disolución de PPDA al 2% en diversos tipos de glicoles

	NH3 del espacio en cabeza, ppm Inmediatamente después de la disolución de PPDA	NH3 del espacio en cabeza, ppm 4 días de almacenamiento
Propilenglicol	7,5	110
Poli(propilenglicol)	90	380
Dipropilenglicol	0	35
PEG, poli(etilenglicol)	0	10

10 Ejemplo 7 (Comparativo)

PPDA disuelto en PEG tiene otras ventajas sobre PPDA disuelto en agua en la presente solicitud para control del olor por pasta papelera en copos. Es bien sabido que el inhibidor de ureasas PPDA tiene por sí mismo algún olor desagradable.

- 15 En la presente invención hemos descubierto que estos olores del PPDA se pueden suprimir por el PEG. De hecho se puede usar PEG para suprimir y enmascarar otros malos olores en pastas papeleras en copos y pañales (incluyendo los olores de inhibidores de ureasas, y/o los olores de fluidos corporales en uso).

En nuestro ejemplo, se comparó disolución acuosa de PPDA al 0,2% con PPDA al 0,2% en disolución de PEG. Se usaron 10 ml de cada disolución en viales de 40 ml (por tanto 30 ml de espacio en cabeza). Se realizó análisis tanto por GC-MS como por el olfato humano. Los resultados a continuación son auto-explicativos.

20

Tabla 7

	Fenol del espacio en cabeza por GC-MS	Otros compuestos malolientes detectados por GC-MS en el espacio en cabeza (cualitativo)	Olores
<b>0,2% de PPDA en agua</b>	1042 ng/ml	Estireno, xilenos, cloro-fenol, nitro-fenol, di- <i>t</i> -butil-benceno, di-butil-quinina, di- <i>t</i> -butil-fenol, y algunos cetonas de C <sub>4</sub> -C <sub>9</sub>	Olores amargos, gomosos fuertes
<b>0,2% de PPDA en PEG</b>	78 ng/ml	Picos no detectados, o suprimidos, o enmascarados.	Ningunos olores desagradables evidentes

## Ejemplo 8 (Comparativo)

Hojas de pasta papelera de madera blanda blanqueada se trataron (rociaron) respectivamente con:

- 5 1) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución acuosa;
- 2) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de agua al 90% y talco al 10%;
- 3) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200;
- 4) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200 al 90% y polvo de talco al 10%;
- 5) 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de glicerina.

- 10 Todas las muestras se secaron en un bote secador a 195°F (90,55°C).

Después se pusieron en una cámara controlada con temperatura de 55°C y 50% de humedad relativa. El contenido de PPDA restante en las muestras de pasta papelera seca se analizó por HPLC.

Los resultados se muestran en la siguiente Tabla. Bajo tales condiciones de envejecimiento en una semana, las muestras de pasta papelera que se trataron por PEG, y PEG/talco todavía mantienen un cierto nivel de PPDA.

- 15 Tabla 8

<b>Muestras de pasta papelera tratada, envejecidas a 55°C, y 50% de HR</b>	<b>PPDA restante en pasta papelera, tras una semana</b>
400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución acuosa	0
400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de agua al 90% y talco al 10%	0
400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200	12 ppm
400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200 al 90% y polvo de talco al 10%	7 ppm
400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de glicerina	0

Ejemplo 9

5 Se trató pasta papelera de madera blanda blanqueada con 400 ppm de NBPT (triamida de ácido n-butil-tiofosfórico) en pasta papelera. Después se transformó en copos, se mezcló con SAP al 40% y se analizó para generación de amoníaco por bacterias como en el ejemplo 1. Como comparación, se analizaron también muestras de pasta papelera tratada con (1) 400 ppm de NBPT junto con 0,1 % de 4-hidroxi-TEMPO, (2) 400 ppm de NBPT con 2,5% de hidroxietilurea, y (3) pasta papelera tratada con 0,1% de hidroxí-TEMPO solo.

Se descubrió que TEMPO al 0,1% hizo a la NBPT mucho más eficaz en el control de la generación de amoníaco. Se descubrió que TEMPO o derivados de TEMPO eran un activador en la mejora de la eficacia de la NBPT.

10 Se descubrió que la hidroxietilurea es un agente excelente para aumentar la solubilidad de NBPT y PPDA en agua (de concentración de 0,2%-0,4%, mejorada a concentraciones de 3%-5%).

Tabla 9

	<b>prueba de 8 horas</b>	<b>prueba de 12 horas</b>
	<b>% de reducción de NH3 por copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>	<b>% de reducción de NH3 por copos de pasta papelera tratados frente a copos de pasta papelera control</b>
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de NBPT	82 %	53 %
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de NBPT, junto con hidroxietilurea al 2,5%	68 %	42 %
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de NBPT, junto con hidroxí-TEMPO al 0,1%	94 %	81 %
Copos de pasta papelera tratados con TEMPO al 0,1% solo	29 %	0 %

Ejemplo 10

15 Uno de los muchos objetivos de la presente invención es controlar la formación de olor (amoníaco) sin matar bacterias. Es decir, no queremos tener biocida alguno, o efecto biocida, mientras se suprime o controla la formación de olor de la orina u otros fluidos corporales. Sin embargo, la muerte de bacterias por medio de efecto biocida puede ocurrir en otras realizaciones de la presente invención.

20 He aquí algunos ejemplos a continuación. Ningún cambio significativo de población de bacterias se observó mientras se suprimió la formación de amoníaco. Esto también es cierto con nuestros "activadores" (tales como hidroxí-TEMPO) que mejoran la eficacia de los inhibidores de ureasas (tales como NBPT).

Tabla 10

Almohadillas de muestras de copos de pasta papelera	Inóculo de <i>Proteus mirabilis</i> , ATCC 7002 UFC/ml	Después de 8 horas de incubación ( <i>Proteus mirabilis</i> ) <b>Cuentas promedio de almohadilla de muestras de pasta papelera</b>	NH3 generado en el espacio en cabeza, después de 8 horas, ppm
Control (pasta papelera no tratada mezclada con SAP al 40%)	10 <sup>8</sup>	1,3 × 10 <sup>10</sup>	733
Pasta papelera tratada con 400 ppm de PPDA (mezclada con SAP al 40%) *	10 <sup>8</sup>	2,2 × 10 <sup>10</sup>	0
Pasta papelera tratada con 400 ppm de PPDA e hidroxí-TEMPO al 0,1% (mezclada con SAP al 40%) *	10 <sup>8</sup>	1,6 × 10 <sup>10</sup>	0
Pasta papelera tratada con 400 ppm de NBPT (mezclada con SAP al 40%)	10 <sup>8</sup>	no analizada	106
Pasta papelera tratada con 400 ppm de NBPT e hidroxí-TEMPO al 0,1% (mezclada con SAP al 40%)	10 <sup>8</sup>	1,6 × 10 <sup>10</sup>	39
Control especial (pasta papelera no tratada mezclada con "SAP-control-de-olor" al 40%)	10 <sup>8</sup>	1,2 × 10 <sup>10</sup>	326
* Comparativa			

Ejemplo 11 (Comparativo)

- 5 Se realizó estudio de envejecimiento acelerado a 35°C y 50% de HR con hojas individuales completamente expuestas al medio ambiente. Las dosis de PPDA de control fueron 400 ppm y 1000 ppm basadas en el peso de la hoja, se aplicaron con agua y secaron. Y las dosis de PPDA estabilizado fueron también 400 ppm y 1000 ppm en la hoja, se aplicaron con disolución de PPDA al 2% en PEG-200. Los resultados se muestran a continuación en la Tabla, y se representan en la Figura 4.

10

Tabla 11. Envejecimiento a 35°C y 50% de HR

	Control de 400 ppm	Control de 1000 ppm	Estabilizado, 400 ppm	Estabilizado, 1000 ppm
Semanas de envejecimiento a 35°C, 50% de HR	PPDA restante	PPDA restante	PPDA restante	PPDA restante
0	476	1053	399	1093
1	50	74	322	853
2	0	0	119	488
3			123	321
4			57	145
5			28	95
6			11	60

Ejemplo 12 (Comparativo)

5 También se realizó prueba de envejecimiento por desuso en la bolsa en condiciones ambientales. El resultado se muestra en la Tabla 12, y se representa en la Figura 5 en escala logarítmica.

Tabla 12. Envejecimiento por desuso

	<b>Control de 400 ppm</b> (hojas tratadas con 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución acuosa y secada)	<b>Estabilizado, 400 ppm</b> (hojas tratadas con 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200)	<b>Estabilizado, 1000 ppm</b> (hojas tratadas con 1000 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200)
Semanas sobre el estante	PPDA en pasta papelera	PPDA en pasta papelera	PPDA en pasta papelera
0 (aplicadas)	400	400	1000
15		87	403
16		57	380
17		33	387
18	<0,5		
28		7	

10 De estos resultados, la pasta papelera tratada con PPDA control se descompone rápidamente. Por otra parte, con la composición de estabilización de la invención la vida útil se puede ampliar fácilmente a más de medio año (26 semanas). Con dosis estabilizada adecuada, la vida útil se puede esperar que se extienda a 1 año (52 semanas) o más también.

Ejemplo 13

- 5 Como una estrategia alternativa a la del ejemplo 10, podemos necesitar opciones para inhibir el crecimiento de diversas poblaciones bacterianas, mientras se evita la formación de amoníaco mediante inhibición de ureasas para control de multi-olor. Esto es especialmente útil cuando se evitan múltiples olores en diversos fluidos corporales tales como fluido menstrual, sangre, materia fecal, heces, urea y orina. Una estrategia es usar polímeros antimicrobianos junto con nuestro MBPT estabilizado como inhibidores de ureasas (con o sin absorbentes normalmente usados). En este ejemplo se usa PHMB (poli(hexametilenbiguanida)) en el tratamiento de pasta papelerera en copos para demostración. Se descubrió que pasta papelerera en copos tratada con PHMB pudo inhibir el crecimiento bacteriano, y se descubrió también que tenía algunas funciones de control del olor por sí misma.
- 10 Otros polímeros antibacterianos incluyen diversos derivados de PHMB o sus equivalentes funcionales (tales como PEHMB, PHMG, PEEG, BBIT y ácido bórico, y los basados en aminas cuaternarias, así como muchos otros tales como polinoxilinas (un polímero de urea-formaldehído).

Tabla 13

Almohadillas de muestras de copos de pasta papelerera	Inóculo de <i>Proteus mirabilis</i> , ATCC 7002 UFC/ml	Después de 8 horas de incubación ( <i>Proteus mirabilis</i> ) Cuentas promedio por almohadilla de muestra de pasta papelerera	NH3 generado en el espacio en cabeza después de 8 horas, ppm
Control (60% de pasta papelerera no tratada mezclada con SAP al 40%)	10 <sup>8</sup>	1,9 x 10 <sup>10</sup>	860
Pasta papelerera tratada con PHMB al 0,5% (mezclada con SAP al 40%)	10 <sup>8</sup>	5,6 x 10 <sup>8</sup>	600
Control especial (60% de pasta papelerera no tratada mezclada con "SAP-control-de-olor" al 40%)	10 <sup>8</sup>	1,9 x 10 <sup>10</sup>	342

15 Ejemplo 14

- Hay muchos productos comerciales que dicen tener funciones de control de olor. Tradicionalmente, se han usado ampliamente absorciones o neutralización de olor. Estas estrategias pueden reducir solamente las moléculas olorosas dentro de la capacidad absorbente. En la mayoría de los casos, los olores se generan a través del tiempo por bacterias del tracto urinario, que rápidamente pueden superar la capacidad de los absorbentes. A continuación la
- 20 Tabla 14 muestra algunas de las comparaciones de la eficacia del control de olores entre los productos comerciales, según lo probado por nuestro método aquí.

Tabla 14

<b>Muestras</b>	<b>NH3 generado</b> en el espacio en cabeza después de 8 horas de incubación en orina sintética inoculada con <i>Proteus mirabilis</i>
Almohadilla de laboratorio control (60% de copos de pasta papelera no tratados mezclados con SAP al 40%)	700 ppm
Control especial de almohadilla de laboratorio (copos de pasta papelera no tratados mezclados con "SAP-control-de-olor" al 40%)	400 ppm
Marca comercial A-1	480 ppm
Marca comercial A-2	363 ppm
Marca comercial B	700 ppm
Marca comercial C	750 ppm
Marca comercial D	760 ppm
Marca comercial E	780 ppm
Marca comercial F	920 ppm
Almohadilla de laboratorio control (60% de copos de pasta papelera no tratados mezclados con SAP al 40%)	900 ppm
Copos de pasta papelera tratados con 400 ppm de PPDA (estabilizado con PEG-200), tras envejecimiento de 14 semanas. (mezclados con SAP al 40%)*	< 6 ppm
* Comparativa	

5 Se muestra que la composición de la invención y el artículo de la presente invención que contiene NBPT estabilizado como inhibidor de ureasas es considerablemente más eficaz que cualquiera de los productos comerciales probados hasta ahora. La marca A-1 y la marca A-2, que son relativamente más eficaces que otros productos comerciales, están probablemente basadas en tecnologías de "SAP (polímero superabsorbente) para control de olor".

#### Ejemplo 15

10 Todos los activadores descritos (que incluyen, pero no se limitan a, Tempos, mediadores de lacasas, enzimas oxidativos, etc.) pueden tener inhibición de ureasa por sí mismos, como se muestra en algunos de nuestros ejemplos. Estos activadores pueden también ser compatibles con nuestro inhibidor de ureasas NBPT estabilizado.

15 Por ejemplo, el ácido violúrico cuando se disuelve en agua muestra fuertes colores rosados. El color rosado puede "teñir" la pasta papelera también, especialmente cuando están presentes iones metálicos. Sin embargo, la muy conocida alteración del color por ácido violúrico se puede paliar disolviendo ácido violúrico en PEG-200 (no acuoso) que muestra un color azulado tenue. El ácido violúrico en disolución de PEG es compatible con inhibidores de ureasas estabilizados tales como PPDA y otros.

En general, todos los activadores pueden ser compatibles con inhibidores de ureasas estabilizados por PEG.

Ejemplo 16 (Comparativo)

Se mezclaron partículas de PEG sólido (CartaCoat GP de Clariant) con polvos de PPDA al 1% en peso. Las mezclas sólidas se calentaron después a 80°C hasta que todo el PEG se fundió. Tras agitar, la mezcla fundida se dejó a continuación enfriar transformándose en sólidos.

- 5 • Los bloques sólidos estabilizaron el PPDA, y los bloques se pueden también "frotar" contra la banda móvil de copos de pasta papelera como una aplicación de revestimiento de los inhibidores de ureasas estabilizados.
- El sólido fundido también se puede hacer partículas (polvos molidos, gránulos, etc) y/o mezclarse con partículas de SAP. Tales partículas solas o en combinación con partículas de SAP se pueden añadir a las fibras antes, durante, o después de cualquier operación de conversión (tal como molinos de martillos).
- 10 Esto se aplica a todos los inhibidores de ureasas estabilizados y activadores (y/u otras partículas/absorbentes inertes).

Ejemplo 17 (Comparativo)

El almacenamiento de muestras de pasta papelera tratadas, preparadas según el ejemplo 12, dentro de bolsas de plástico Zip-Loc ha mejorado ligeramente la estabilidad. Los resultados se muestran a continuación en la Tabla 15, y Figura 6.

15

Tabla 15. Envejecimiento en bolsa Zip-Loc por desuso.

	<b>Estabilizado, 400 ppm</b> (hojas tratadas con 400 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200)	<b>Estabilizado, 1000 ppm</b> (hojas tratadas con 1000 ppm de PPDA en pasta papelera de disolución de PEG-200)
Semanas en bolsa Zip-Loc	PPDA en pasta papelera	PPDA en pasta papelera
0 (aplicadas)	400	1000
4	426	
15	211	
18	209	
24	154	
27	117	317
33	88	221

Numerosas modificaciones y variaciones del presente invento son posibles a la luz de las técnicas anteriores. Por lo tanto, se debe entender que dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas, la invención se puede poner en práctica de otro modo a como se describe específicamente en este documento.

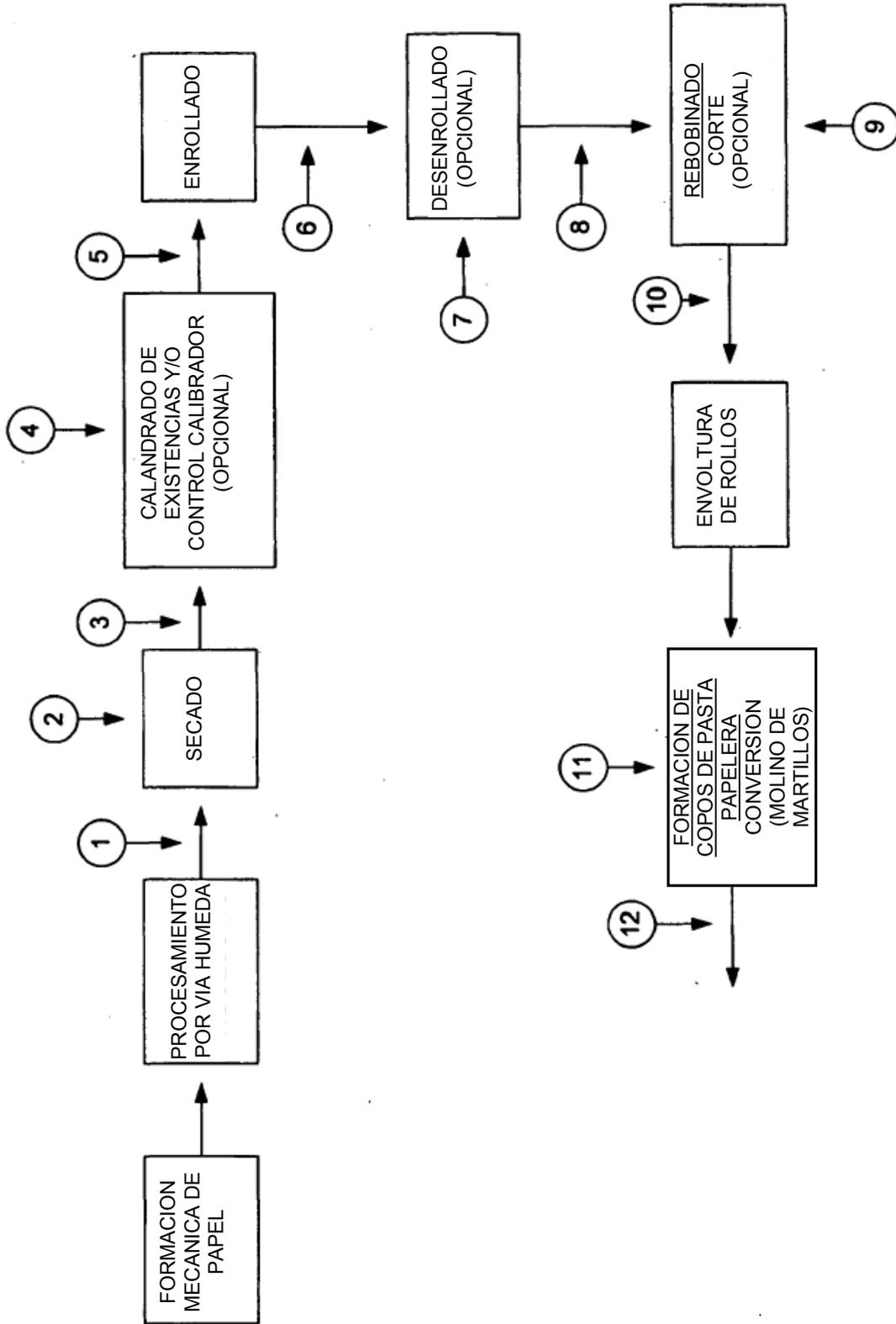
20

## REIVINDICACIONES

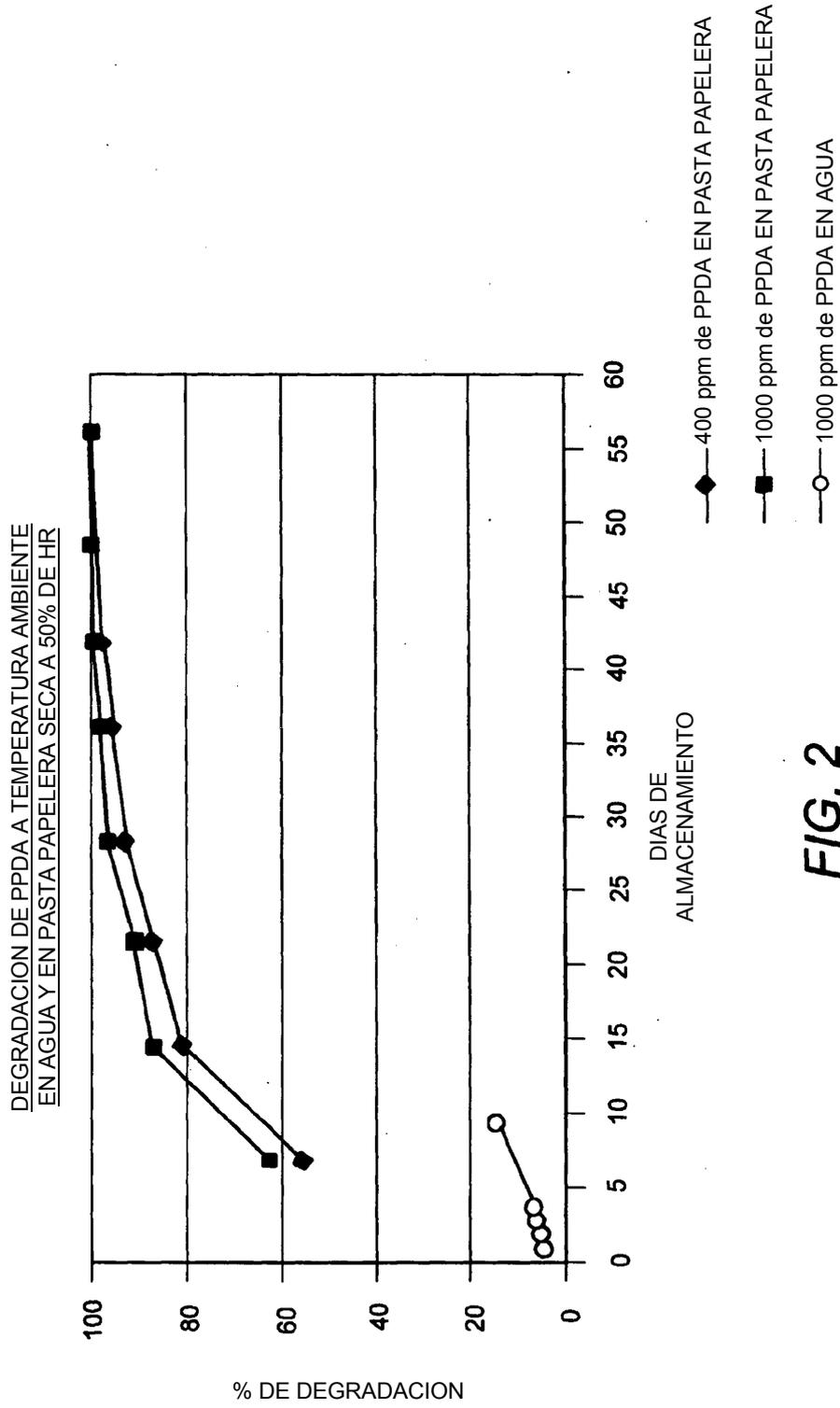
1. Una composición, que comprende al menos una fibra celulósica; triamida de ácido n-butyl-tiofosfórico (NBPT) como inhibidor de ureasas; agua; y  
5 al menos un activador seleccionado del grupo que consiste en 2,2,6,6-Tetrametilpiperidina, 2,2,6,6-Tetrametilpiperidin-1-oxilo (TEMPO), 4-hidroxi-2,2,6,6-Tetrametilpiperidin-1-oxilo (4-Hidroxi-TEMPO), 4-oxi-TEMPO, 4-acetamido-TEMPO, y fosfonooxi-TEMPO.
2. La composición según la reivindicación 1, que comprende además una sustancia inerte seleccionada del grupo que consiste en desecante, talco, estearato cálcico, estearato, ácido esteárico, palmitato, zeolita, cloruro cálcico, carbonato cálcico, cloruro amónico, sílice anhidra; silicato cálcico, aluminosilicato, tierra de diatomeas, fosfato, fosfato sódico, fosfato potásico, fosfato amónico, fosfato cálcico, hidroxiapatita, polímero superabsorbente, partícula superabsorbente, polivinil-polipirrolidona, alúmina, sílice, compuestos absorbentes de agua, compuestos formadores de barrera contra el agua, y sus mezclas.
3. La composición según la reivindicación 1, en donde NBPT se mezcla con fosfordiamidato de fenilo (PPDA).
4. La composición según la reivindicación 1, en donde NBPT como inhibidor de ureasas está presente en una cantidad que varía de 0,5 ppm a 10% en peso, basado en el peso total de la composición.
5. La composición según la reivindicación 1, que comprende además 0,1 a 20% en peso de al menos un estabilizante seleccionado del grupo que consiste en óxidos de alquileo que tienen de 2 a 6 átomos de carbono, poli(óxidos de etileno), óxidos de etileno, óxidos de propileno, poli(óxidos de propileno), óxidos de dietileno, óxidos de dipropileno, glicerina, dipropilenglicol, etilenglicol, poli(propilenglicol), etilenglicoles sustituidos, metoxietilenglicoles, éteres de etilenglicol, éter monobutílico de etilenglicol y éter monoetilico de etilenglicol, basado en el peso total de la composición.
6. La composición según la reivindicación 1, en donde el activador está presente en una cantidad que varía de 1 ppm a 10% en peso, basado en el peso total de la composición.
7. La composición según la reivindicación 2, en donde la sustancia inerte se selecciona del grupo que consiste en partículas superabsorbentes.
8. La composición según la reivindicación 2, en donde la sustancia inerte está presente en una cantidad que varía de 0,1 a 10% en peso, basado en el peso total de la composición.
9. Un método de fabricación de la composición según la reivindicación 1, que comprende poner en contacto la al menos una fibra celulósica con la NBPT como inhibidor de ureasas y el al menos un activador.
10. El método según la reivindicación 9, que comprende además pre-mezclar la NBPT como inhibidor de ureasas y el al menos un activador.
11. El método según la reivindicación 9, en donde la al menos una fibra celulósica se pone consecutiva o simultáneamente en contacto con la NBPT como inhibidor de ureasas y el al menos un activador.
12. El método según la reivindicación 9, en donde dicha puesta en contacto se realiza pulverizando la NBPT como inhibidor de ureasas y el al menos un activador sobre al menos una superficie de la banda de fibras celulósicas.
13. El método según la reivindicación 12, en donde la NBPT como inhibidor de ureasas y el al menos un activador se pulverizan simultánea o consecutivamente.
14. Un artículo, que comprende la composición según la reivindicación 1.
15. El artículo según la reivindicación 14, en donde el artículo se selecciona del grupo que consiste en un artículo absorbente y un artículo de higiene personal.
16. El artículo según la reivindicación 14, en donde el artículo se selecciona del grupo que consiste en un pañal, un artículo de higiene femenina, y un producto de incontinencia para adultos.
17. El artículo según la reivindicación 14, que adicionalmente comprende al menos una partícula superabsorbente.
18. Un método de fabricación del artículo según la reivindicación 17, que comprende poner en contacto al menos una partícula superabsorbente con una composición que comprende al menos una fibra celulósica; NBPT como inhibidor de ureasas; y al menos un activador.
19. Un método para inhibir la producción de amoníaco a partir de urea en presencia de al menos un microorganismo, que comprende poner en contacto el artículo según la reivindicación 14 con urea y al menos un microorganismo.

**20.** El método según la reivindicación 19, en donde el crecimiento del al menos un microorganismo no se inhibe.

**21.** El método según la reivindicación 19, en donde el al menos un microorganismo es un microorganismo productor de ureasa.

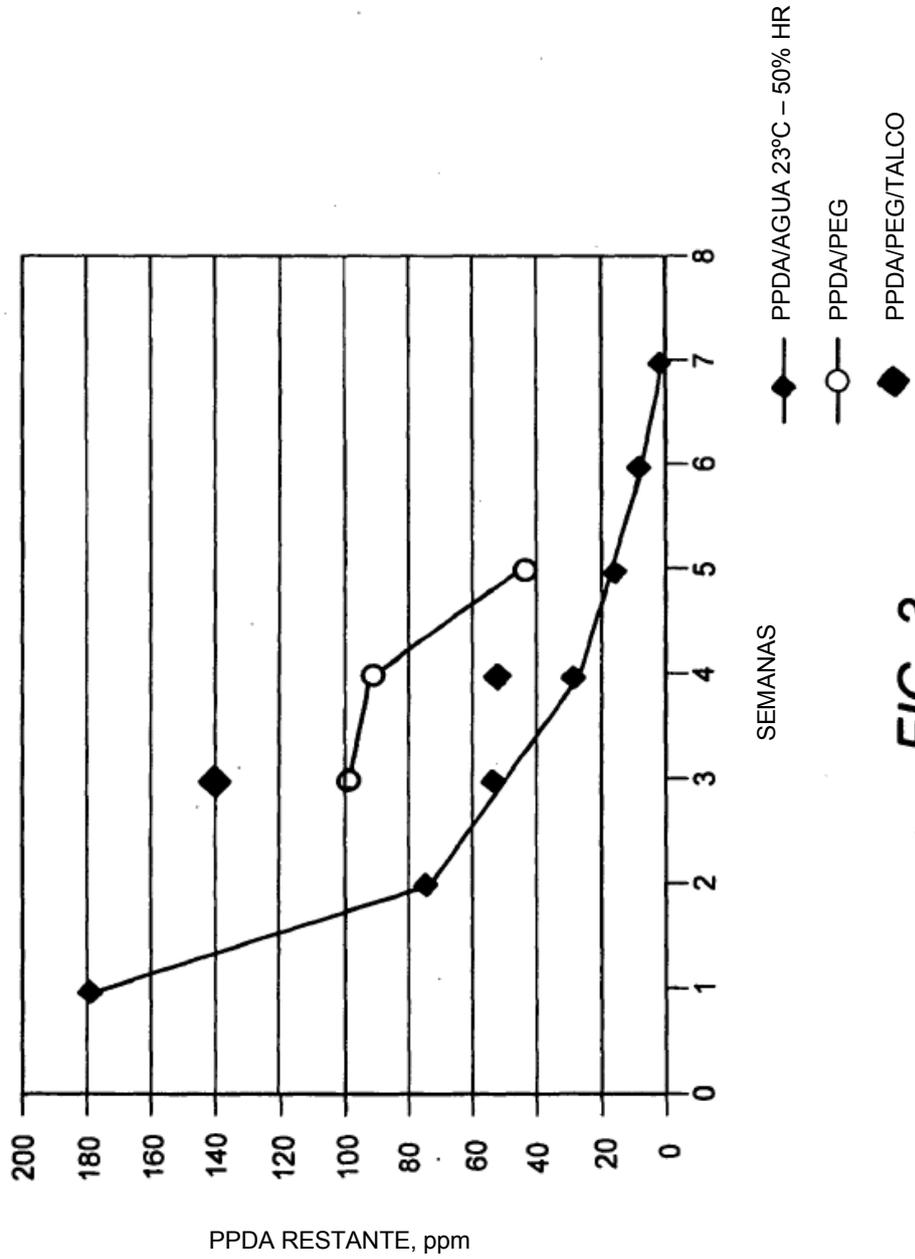


**FIG. 1**



**FIG. 2**

ENVEJECIMIENTO DE MUESTRAS DE PASTA PAPELERA A 23°C, 50% DE HR  
 (TODAS LAS MUESTRAS TRATADAS CON 400 ppm DE PPDA AL COMIENZO)



**FIG. 3**

ENVEJECIMIENTO DE HOJAS TRATADAS A 95°F (35°C) Y 50% DE HR

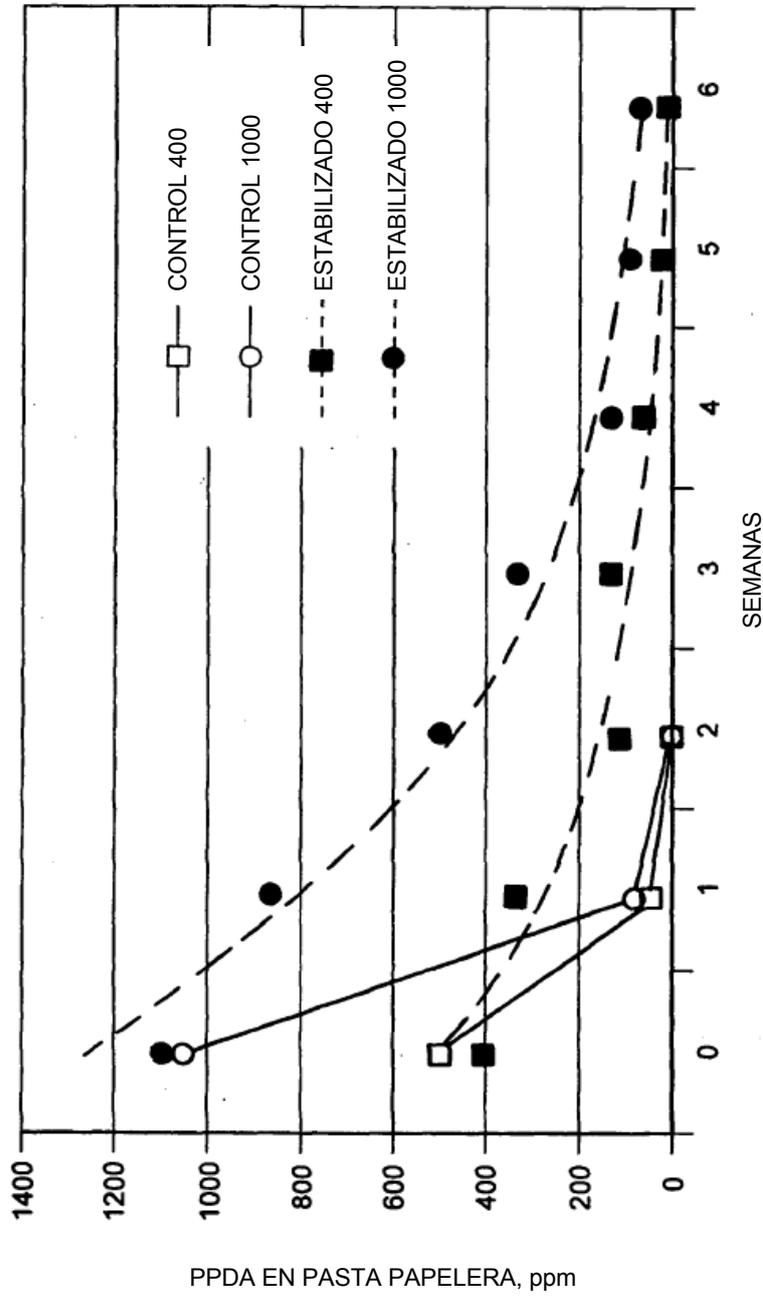
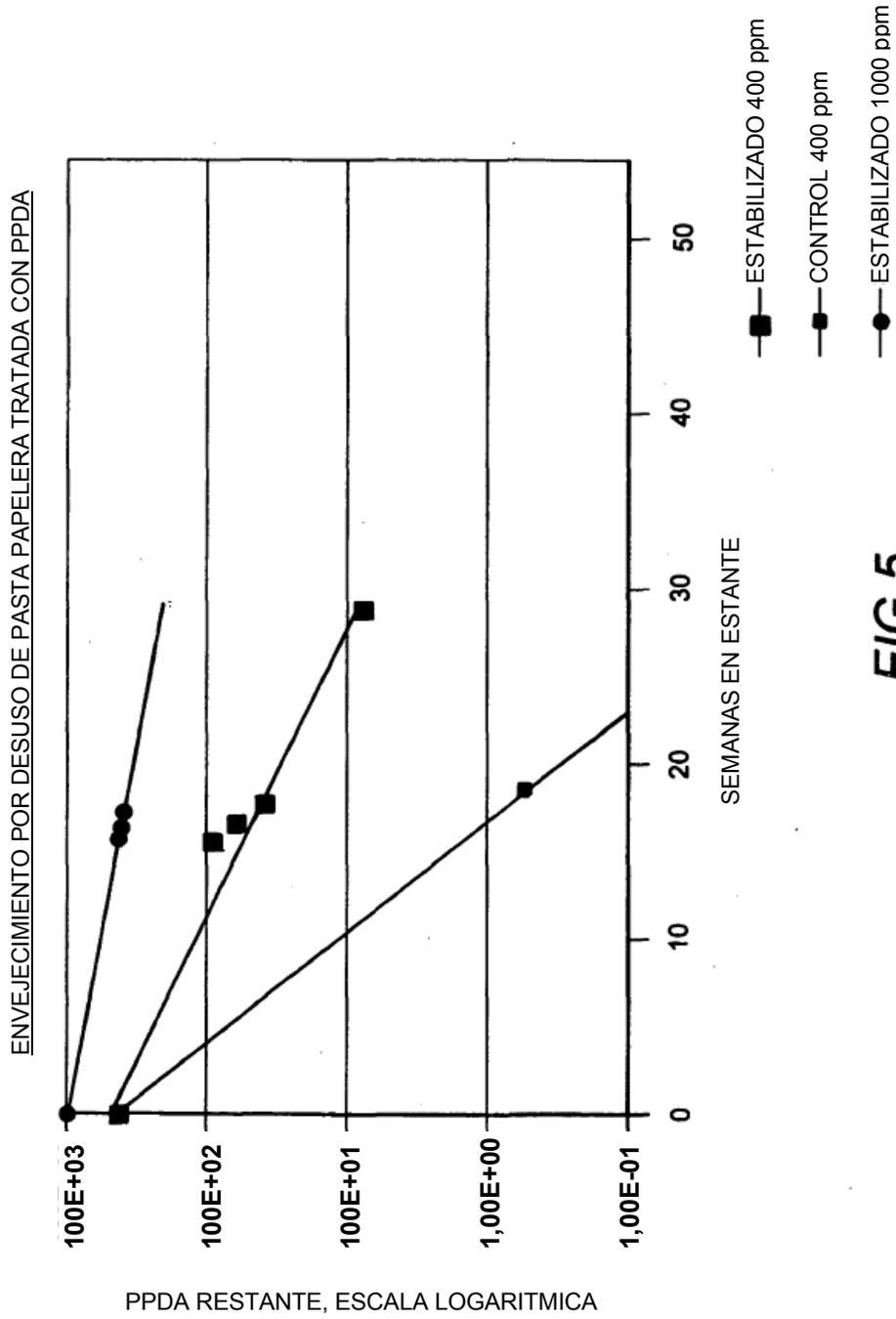
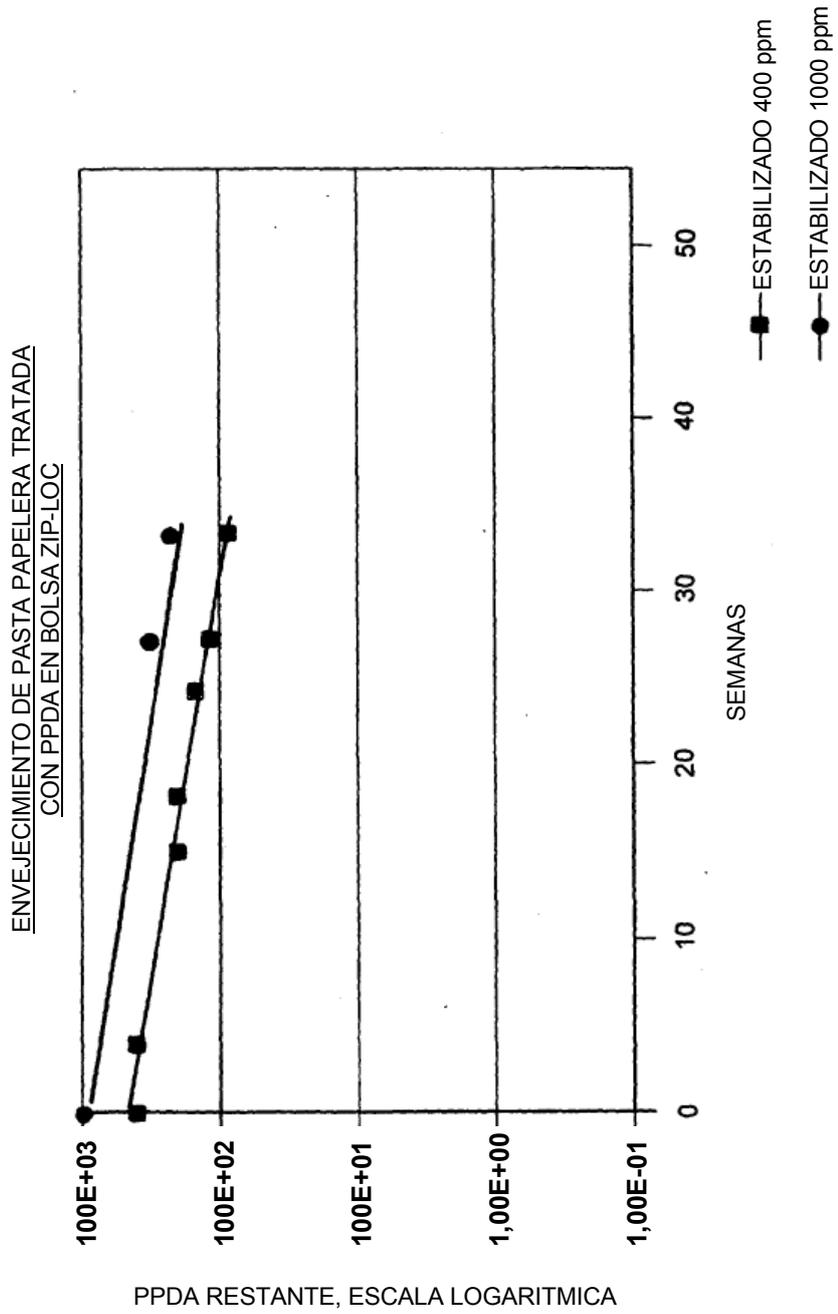


FIG. 4



**FIG.5**



**FIG.6**