



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0909391-5 B1

(22) Data do Depósito: 26/03/2009

(45) Data de Concessão: 14/11/2017



(54) Título: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE TRIAMIDAS A PARTIR DE AMÔNIA E DICLORETO DE ALQUILAMINOTIOFOSFORILA"

(51) Int.Cl.: C07F 9/22

(30) Prioridade Unionista: 02/04/2008 EP 08153960.3

(73) Titular(es): BASF SE

(72) Inventor(es): MICHAEL BOCK; OLIVER HUTTENLOCH; PATRICK DECK; OLIVER BEY; HEINER SCHELLING; MARKUS SIEGERT

“PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE TRIAMIDAS A PARTIR DE AMÔNIA E DICLORETO DE ALQUILAMINOTIOFOSFORILA”

[1] A invenção refere-se a um processo para a preparação de triamidas a partir de amônia e amidodicloretos.

[2] As realizações preferidas podem ser encontradas na descrição, nas reivindicações, e nos exemplos. As combinações de realizações preferidas não vão além do escopo da invenção.

[3] As triamidas tiosfóricas, especificamente a triamida N-n-butiltiosfórica (NBPT), são inibidores efetivos da urease que são utilizados em composições de fertilizantes com base em uréia. O uso de tais inibidores de urease pode melhorar a eficácia da fertilização com uréia, porque as perdas causadas pela degradação catalisada pela urease da uréia no solo, são reduzidas (Trenkel, M. E., "Controlled Release and Stabilized Fertilizers in Agriculture", IFA 1997, ISBN: 2-9506299-0-3; p. 30 et seq.).

[4] A US 5.770.771 descreve um processo para preparação de triamidas hidrocarbiltiosfóricas. Neste processo, amônia e N-hidrocarbilmôniotiosforil dicloreto são misturados em uma câmara de reação em uma proporção de 16:1, produzindo uma mistura da reação constituída pela triamida hidrocarbiltiosfórica, e na qual o co-produto de cloreto de amônio formado é mantido em solução na amônia que foi adicionada com um grande excesso. O tempo de residência da mistura da reação no reator é de 1 a 10 minutos. O produto de interesse é separado por intermédio de destilação.

[5] A WO 2007/054392 descreve um processo para a separação de ácidos de misturas de reação, cujo processo é utilizado para a preparação de triamidas alquiltiosfóricas a partir de amônia e dicloreto de alquiltiosforila, um dicloreto de amido. A amônia gasosa é passada através de uma solução de dicloreto de amido e é reagida. O tempo de residência da mistura da reação no reator é de 60 minutos. O produto de interesse é isolado

por intermédio de uma separação de fase, é precipitado na fase reduzindo-se a temperatura, e é purificado através de uma etapa de filtração.

[6] A WO 98/31691 descreve um processo para a preparação de triamidas hidrocarbiltiofosfóricas a partir de amônia e dicloreto de hidrocarbilaminotiofosforila, um dicloreto de amido. Aqui, a amônia é colocada dentro de um reator contendo o dicloreto de amido e é reagida, o tempo de residência da mistura da reação no reator sendo de 90 minutos. O produto de interesse é purificado em um evaporador de filme fino.

[7] Descobriu-se que um tempo de reação prolongado gera produtos da reação diméricos, oligoméricos e poliméricos, do produto de triamida e do material inicial de dicloreto de amido, que aumenta a massa molar média da mistura da reação e afeta adversamente a qualidade do produto de interesse.

[8] Uma proporção aumentada dos co-produtos faz com que o manuseio seja mais difícil durante o processo e que eleva os custos de produção. As impurezas são difíceis de serem separadas do produto de interesse por intermédio de destilação, e a recristalização demanda considerável dispêndio em termos de aparelhos e energia.

[9] Era, portanto, um objetivo da invenção atual apresentar um processo que reduzisse a formação de produtos oligoméricos e poliméricos da reação na preparação de triamidas a partir de amônia e dicloreto de amido.

[10] Este objetivo foi alcançado através de um processo para a preparação de triamidas a partir de amônia e dicloreto de amido, onde os materiais iniciais são misturados uns com os outros, e são reagidos, de uma forma que é livre do retromistura, onde a concentração do dicloreto de amido no dispositivo de mistura está sempre abaixo de 0,2 % (mol/mol) da mistura da reação, com base no volume da mistura da reação.

[11] Em uma realização do processo de acordo com a invenção, o tempo de mistura dos materiais iniciais é menor do que um segundo.

[12] Em uma realização do processo de acordo com a invenção, a mistura dos materiais iniciais é executada por intermédio de um bocal, um misturador rotor-estator, uma bomba de mistura da reação ou misturador a jato equipado com bocal.

[13] Em uma outra realização do processo de acordo com a invenção, a mistura é transferida para dentro de um reator de tubo.

[14] Em uma outra realização do processo de acordo com a invenção, o reator de tubo é um trocador de calor.

[15] Em uma outra realização do processo de acordo com a invenção, os materiais iniciais são resfriados antes de serem misturados, de tal forma que não ocorre nenhuma reação substancial no dispositivo de mistura.

[16] Em uma outra realização do processo de acordo com a invenção, o calor da reação é dissipado através da evaporação da amônia.

[17] Em uma outra realização, a descarga da reação do reator de tubo é transferida para dentro de uma coluna e a triamida é extraída no fundo da coluna.

[18] Em uma outra realização, a triamida é uma triamida N-alquiltiofosfórica.

[19] A preparação de triamidas é conhecida por si própria, por uma pessoa adestrada na arte, ou é possível através de métodos conhecidos por si próprios, por uma pessoa adestrada na arte. A preparação do dicloreto de amido requerido para a preparação de triamidas é conhecido por si próprio, por uma pessoa adestrada na arte, ou é possível através de métodos conhecidos por si próprios, por uma pessoa adestrada na arte. O dicloreto de amido que é requerido para a preparação da triamida de acordo com a invenção, e que é usado como material inicial no processo de acordo com a invenção, pode ser preparado, por exemplo, conforme descrito na WO 2007/054392, da reação de tricloreto com pelo menos uma amina primária ou secundária em um solvente.

[20] Um exemplo de um solvente adequado é o acetato de etila. No entanto, todos os outros conhecidos, de preferência, solventes polares, tais como ésteres e cetonas de tetra-hidrofuran (THF) também são adequados.

[21] A mistura da reação desta reação é constituída por dicloreto de amido e pode ser utilizada diretamente no processo e de acordo com a invenção, para a reação com amônia para produzir triamida. Alternativamente, o dicloreto de amido pode ser isolado da mistura da reação e pode ser usado na forma purificada, para a reação com amônia.

[22] De acordo com a invenção, os materiais iniciais são misturados de uma forma livre do retorno da mistura. No processo de acordo com a invenção, "mistura de uma forma livre do retorno da mistura" significa que os materiais iniciais são misturados um com o outro, suficientemente rapidamente, de forma que durante o processo de mistura não acontece nenhuma reação substancial dos materiais iniciais, ou nenhuma reação. Em geral, são reagidos menos de 5 % (mol/mol) do dicloreto de amido. É também possível que mais de 20 % (mol/mol) do dicloreto de amido reaja. Mais de preferência, não mais do que 10 % (mol, mol).

[23] A concentração do dicloreto de amido durante o processo de mistura no dispositivo de mistura é usualmente, quando a operação é executada conforme o desejado, todo o tempo, abaixo de 0,5 % (mol/mol) da mistura da reação, com base no volume da mistura da reação, de preferência, inferior a 0,3 % (mol/mol), com base no volume da mistura da reação. Em uma realização especialmente preferida, a concentração do dicloreto de amido no dispositivo de mistura durante o processo de mistura, durante todo o tempo, é abaixo de 0,2 % (mol/mol), com base no volume da mistura da reação.

[24] A operação conforme o pretendido significa, no contexto atual, a operação contínua, com a exclusão da partida e parada da operação.

[25] O tempo de mistura dos materiais iniciais, de preferência, é

muito curto e está na segunda faixa. Em geral, o tempo de mistura é menor do que 5 segundos, de preferência, menor do que 2 segundos. Em uma realização especialmente preferida, o tempo de mistura dos materiais iniciais no dispositivo de mistura é menor do que 1 segundo.

[26] Tempo de mistura significa, no processo atual, o intervalo de tempo decorrido entre a introdução dos materiais iniciais dentro do dispositivo de mistura até que o processo de mistura termine. O tempo aqui é conforme definido na publicação VTB Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden [Método de cálculo de engenharia de processo], parte 4, Stoffvereinigung in fluiden Phasen [Combinação de substâncias em fase fluida], pág. 84, seção 3. É usual uma qualidade de mistura técnica de 95%.

[27] A mistura do dicloreto de amido com amônia líquida usualmente é executada em um dispositivo de mistura. A mistura, de preferência, é executada em uma alta tração, a montante do reator de reação. Dependendo do dispositivo de mistura utilizado, os materiais iniciais poderão ser introduzidos, de preferência, na forma líquida, mas também na forma gasosa. No processo de acordo com a invenção, o dispositivo de mistura significa qualquer recipiente ou qualquer dispositivo no qual duas ou mais substâncias se misturam uma com a outra, como resultado dos elementos incorporados dentro do dispositivo de mistura ou como resultado da pulsação que os materiais iniciais recebem quando são introduzidos, por exemplo, através de um bocal. Dependendo da escala da batelada de reação, poderá ser utilizada uma variedade de dispositivos de mistura. No caso de escalas de laboratório muito pequenas, uma pessoa adestrada na arte pode utilizar dispositivos de mistura conhecidos por si próprios, tais como agitadores, como por exemplo, agitadores de hélice, agitadores de disco, agitadores de barras cruzadas, ou agitadores de lâmina inclinada com uma alta velocidade. Em uma realização preferida, são utilizados os agitadores de lâmina inclinada com uma velocidade de 500 a 1000rpm, de preferência, 600 a 900 rpm, de

preferência especialmente, 750 a 850 rpm. A velocidade de um agitador de lâmina inclinada, por exemplo, 800 rpm, é suficiente para atingir os tempos curtos da mistura da invenção. Em uma escala maior, o dispositivo de mistura, em uma realização preferida, é um bocal, um misturador rotor-estator, uma bomba de mistura da reação ou um misturador a jato equipado com bocal. O dispositivo de mistura, de preferência, é um bocal ou um misturador a jato equipado com um bocal. Em uma realização especialmente preferida, o dispositivo de mistura é um bocal. De preferência, mas não sendo limitantes, as realizações são descritas em VTB Verfahrenstechnische Berechnungsmethoden, parte 4, Stoffvereinigung in fluiden Phasen, sessões 3.5 e 3.6.

[28] Para resfriar a mistura da reação, pode-se utilizar amônia em excesso, de forma que parte da amônia se evapore após a mistura (resfriamento evaporativo).

[29] Usualmente, o dicloreto de amido e a amônia são colocados no dispositivo de mistura com uma relação molar de 2 a 25 mols de amônia por mol de dicloreto de amido. De preferência, são colocados no dispositivo de mistura mais de 2 moles de amônia por mol de dicloreto de amido. Mais de preferência, são colocados no dispositivo de mistura, 16 ou menos de 16 mols, mas mais de 2 mols de amônia por mol de dicloreto de amido. Especialmente, de preferência, são colocados no dispositivo de mistura de 2 a 15, muito especialmente, de preferência, 3 a 10 mols de amônia por mol de dicloreto de amido. É especialmente preferida uma relação molar de 4 a 6 mols de amônia por mol de dicloreto de amido.

[30] Em uma realização preferida, os materiais iniciais são resfriados antes do início da mistura, de tal forma que não aconteça nenhuma reação substancial antes do tempo de mistura ser finalizado. Para este fim, os materiais iniciais são resfriados abaixo de 10 °C, de preferência, abaixo de 5 °C, especialmente de preferência, abaixo de 1 °C. Em uma realização

especialmente preferida, os materiais iniciais são resfriados abaixo de 0 °C.

[31] Depois da mistura no dispositivo de mistura em uma forma livre do retromistura, os materiais iniciais geralmente são reagidos em um reator. Em uma realização preferida, o reator é um reator de tubo ou uma coluna de borbulhar do tipo de recirculação. Em uma realização especialmente preferida, o reator é um reator de tubo. Como a reação de dicloreto de amido e amônia é altamente exotérmica, é especialmente preferível utilizar-se um reator de tubo que seja um trocador de calor.

[32] A temperatura da reação no reator de tubo é mantida em temperaturas que são convencionais para esta reação. Ela, de preferência, é de -30 °C a 50 °C, de preferência, de -10 °C a 10 °C, especialmente de preferência, -5 °C a 8 °C.

[33] A descarga da reação do reator de tubo, geralmente é transferida para dentro de um dispositivo no qual o produto de interesse é separado da amônia. De preferência, o dispositivo toma a forma de uma coluna, no fundo da qual é retirado o produto de interesse.

[34] Todas as etapas de processo podem ser executadas sem pressão ou sob pressão. Quando se executa as etapas de processo sob pressão, a pressão superatmosférica, de preferência, é menor do que 50 bar (5000 kPa), de preferência, menor do que 10 bar (1000 kPa).

[35] A reação pode ser executada em batelada ou continuamente.

[36] A amônia separada do processo pode ser recirculada para o processo de uma forma conhecida pelo trabalhador adestrado.

[37] Em uma realização preferida, o processo descrito acima é utilizado para preparar triamidas N-alquiltiofosfóricas. Em um processo especialmente preferido, é produzida a triamida N-n-butiltiofosfóricas (NBPT) e a triamida N-propil- tiofosfórica, ou uma mistura das mesmas.

[38] As triamidas tiofosfóricas, especificamente, a triamida N-n butiltiofosfórica (NBPT), são inibidores efetivos de urease que são utilizados

em composições de fertilizante com base em uréia. Tais inibidores de urease podem melhorar a eficiência da fertilização com uréia, porque as perdas devidas à degradação catalisada pela urease de uréia no solo são reduzidas. (Trenkel, M. E., "Controlled-Release and Stabilized Fertilizers in Agriculture", IFA 1997, ISBN: 2-9506299-0-3).

[39] Por exemplo, as triamidas tiofosfóricas preparadas de acordo com a invenção são utilizadas como aditivos para fertilizantes minerais e/ou minerais orgânicos constituídos por uréia.

[40] É conhecido que as triamidas tiofosfóricas são hidrolizadas relativamente rapidamente para produzirem as triamidas fosfóricas correspondentes. Na presença de umidade, as triamidas tiofosfóricas e as triamidas fosfóricas correspondentes estão, como regra, presentes na forma de uma mistura, uma com a outra. Dentro do escopo da invenção atual, o termo "triamida tiofosfórica" refere-se portanto, não somente às triamidas tiofosfóricas puras, mas também às suas misturas com as triamidas fosfóricas correspondentes.

[41] A reação de acordo com a invenção do tricloreto tiofosfórico com pelo menos uma amina e amônia em um solvente inerte com a ajuda pelo menos de uma base que forma um sal de cloridrato com o cloreto de hidrogênio para a preparação de triamidas tiofosfóricas, de preferência, é executada nas seguintes relações molares:

[42] Em uma realização vantajosa, um mol de amina é utilizado aproximadamente por mol de cloreto de tiofosforila. A amina, de preferência, é utilizada com uma relação molar de 0,9 a 1,1 mol por mol de cloreto de tiofosforila, especialmente, de preferência, de 0,95 a 1,05 mols de amina por mol de tricloreto tiofosfórico.

[43] A base auxiliar utilizada pode ser rapidamente recuperada, vantajosamente através de neutralização com uma base mais forte. O sal da base da base mais forte pode ser recuperado por intermédio de extração ou

através de separação de fase com amônia (US 5.770.771).

[44] A descarga da reação pode ser separada do solvente, da base auxiliar e de qualquer amônia residual, através de destilação, e pode posteriormente ser secada, por exemplo, a vácuo em temperaturas menores do que 95 °C, de preferência, menores do que 75 °C, especialmente de preferência, menores do que 65 °C. Para secar ainda mais o produto, é também possível utilizar-se um evaporador de filme fino que é operado a vácuo, aproximadamente, de preferência, a 90 °C.

[45] A invenção é ilustrada em maiores detalhes através dos exemplos de uso que se seguem; isto, no entanto, não constitui uma limitação correspondente.

Exemplos

[46] As experiências, que foram executadas em um reator de batelada, foram executadas com tempos de mistura diferentes, utilizando-se 10 e 20 mols de NH₃/mol de PSCl₃. Os rendimentos obtidos nos exemplos 1 e 2 de acordo com a invenção excedem aqueles conhecidos da arte anterior, por exemplo, aqueles da publicação US 5.770.771, que atingia a 92,4%.

[47] O tempo de mistura das experiências foi calculado utilizando-se um método conhecido por uma pessoa adestrada na arte (Mischzeicharakteristik [características de tempos de mistura], Stieß, Mechanische Verfahrenstechnik [engenharia mecânica de processo], volume 1, p. 1232 et seq.; Mischen und Rühren, Grundlagen und moderne Verfahren für die Praxis [mistura e agitação, básicos e processos modernos para prática], Baden-Baden, 1998, p. 43 - 49) e métodos de computação de dinâmica de fluidos (CFD).

Exemplo 1

Materiais iniciais:

56,25 g de acetato de etila

25,41 g de PSCl₃

0,15 mols

Reação:

18,75 g de acetato de etila	
23,64 g de tripropilamina (TPA)	0,165 mols
7,77 g de n-butilamina	0,106 mols
2,7 g de n-propilamina	0,046 mols
25,5 g de NH ₃	1,5 mols
20 g de acetato de etila	

Síntese de dicloreto:

[48] 56,25 g de acetato de etila foram colocados dentro de um vaso de reação juntamente com 25,41 g de cloreto de tiofosforila. Então, a suspensão de dicloreto foi preparada adicionando-se 23,64 g de tripropilamina, 7,77 g de n-butilamina e 2,7 g de n-propilamina.

Síntese da triamida tiofosfórica:

[49] Um aparelho sob pressão que foi resfriado a - 20 °C foi carregado com 25,5 g de amônia líquida sob uma pressão de 4 bar (400 kPa). Utilizando-se uma bomba, foram introduzidos no mesmo 5 g de acetato de etila (EA). Utilizando-se uma bomba rotativa de pistão, foram adicionados 132,6 g de suspensão de dicloreto, com agitação (dispositivo de mistura: agitador de lâmina inclinada, $n=800 \text{ min}^{-1}$), durante cujo processo a temperatura no vaso de reação não se elevou acima de 0 °C devido ao resfriamento. Depois que a suspensão de dicloreto foi transferida para dentro do vaso de reação, foram bombeados para dentro do vaso de reação mais 15 g de EA.

[50] O tempo de mistura dos materiais iniciais nesta batelada, utilizando-se o dispositivo de mistura, era de 3 segundos.

[51] O rendimento da reação foi determinado por intermédio de HPLC e totalizou 68,3% de NBPT e 25,4% de NPPT, um total de 93,7% do produto de interesse.

Exemplo 2

Materiais iniciais:

56,25 g de acetato de etila
 25,41 g de PSCl_3 0,15 mols

Reação:

18,75 g de acetato de etila
 23,64 g de tripropilamina (TPA) 0,165 mols
 7,77 g de n-butilamina 0,106 mols
 2,7 g de n-propilamina 0,046 mols
 51,1 g de NH_3 3,0 mols

20 g de acetato de etila

Síntese do dicloreto:

[52] 56,25 g de acetato de etila foram colocados dentro de um vaso de reação juntamente com 25,41 g de cloreto de tiofosforila. Então, a suspensão de dicloreto foi preparada adicionando-se 23,64 g de tripropilamina, 7,77 g de n-butilamina e 2,7 g de n-propilamina.

Síntese da triamida tiofosfórica:

[53] Um aparelho sob pressão foi resfriado a $-20\text{ }^\circ\text{C}$. Este aparelho pressurizado foi carregado, através de uma balança, com 51,1 g de amônia, a pressão atingindo a 4 bar (400 kPa). Foi dada a partida a uma bomba conectada com 5 g de EA. Utilizando-se uma bomba rotativa de pistão, foram adicionados 133,5 g de suspensão de dicloreto com agitação (dispositivo de mistura: agitador de lâmina inclinada, $n = 800\text{ min}^{-1}$). A temperatura no vaso de reação não se elevou acima de $0\text{ }^\circ\text{C}$ como resultado do resfriamento. Depois de ter sido adicionada toda a suspensão de dicloreto, foram adicionados à mistura 15 g adicionais de EA. O tempo de adição totalizou 43 minutos, a temperatura no vaso da reação sendo então de $-10,3$ e $0\text{ }^\circ\text{C}$.

[54] O tempo de mistura dos materiais iniciais nesta batelada, utilizando-se este dispositivo de mistura, era de 3 segundos.

[55] O rendimento da reação foi determinado por intermédio de

HPLC e totalizou 70,5% de NBPT e 25,9% de NPPT, um total de 96,4% do produto de interesse.

Exemplo 3 - Exemplo comparativo

Materiais iniciais:

56,25 g de acetato de etila	
25,41 g de PSCl_3	0,15 mols

Reação:

18,75 g de acetato de etila	
23,64 g de tripropilamina (TPA)	0,165 mols
7,77 g de n-butilamina	0,106 mols
2,7 g de n-propilamina	0,046 mols
25,5 g de NH_3	1,5 mols

20 g de acetato de etila

Síntese do dicloreto:

[56] 56,25 g de acetato de etila foram colocados dentro de um vaso de reação juntamente com 25,41 g de cloreto de tiofosforila. A suspensão de dicloreto foi preparada adicionando-se 23,64 g de tripropilamina, 7,77 g de n-butilamina e 2,7 g de n-propilamina.

Síntese da triamida tiofosfórica:

[57] Um aparelho sob pressão foi resfriado a $-20\text{ }^\circ\text{C}$. Este aparelho pressurizado foi carregado, através de uma balança, com 25,5 g de amônia, a pressão atingindo a 4 bar (400 kPa). Foi dada partida em uma bomba conectada com 5 g de EA. Utilizando-se uma bomba rotativa de pistão, foram adicionados 6 g de suspensão de dicloreto com agitação (dispositivo de mistura: agitador de lâmina inclinada, $n=100\text{ min}^{-1}$). A temperatura no vaso de reação não se elevou acima de $0\text{ }^\circ\text{C}$ como resultado do resfriamento. Depois de ter sido adicionada toda a suspensão de dicloreto, foram adicionados à mistura 15 g adicionais de EA. O tempo de mistura dos materiais iniciais nesta batelada, utilizando-se este dispositivo de mistura, era

de 35 segundos.

[58] O rendimento da reação foi determinado através de HPLC e totalizou 60,6% de NBPT e 24,5% de NPPT, um total de 85,1% do produto de interesse.

Exemplo 4

[59] 275,14 kg/hora de uma mistura (0 °C) de dicloreto (63,0 kg/hora), tripropilamina (4,4 kg/hora), cloridrato de tripropilamina (55 kg/hora) e acetato de etila (152,43 kg/hora) foram misturados uns com os outros em conjunto com 107,3 kg/hora de amônia líquida (0 °C) em um bocal de mistura com um tempo de mistura de < 0,1 segundos. A mistura é executada em alta tração e com uma queda abrupta de pressão.

[60] O produto da mistura é direcionado para um reator de tubo pressurizado. A mistura de produto é processada por destilação sob condições técnicas suaves em baixa pressão. Na saída do estágio de reação, são formados 49,07 kg/hora de triamida tiofosfórica (NBPT).

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de triamidas a partir de amônia e dicloreto de alquilaminotiofosforila, caracterizado pelo fato dos materiais iniciais serem misturados uns com os outros, e serem reagidos, de uma forma livre de retromistura, e a concentração do dicloreto de alquilaminotiofosforila no dispositivo de mistura ser todo o tempo abaixo de 0,2% (mol/mol) da mistura da reação, com base no volume da mistura da reação.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do tempo de mistura dos materiais iniciais ser menor do que um segundo.

3. Processo, de acordo com uma das reivindicações 1 a 2, caracterizado pelo fato da mistura dos materiais iniciais ser executada por intermédio de um bocal, um misturador rotor-estator, uma bomba de mistura da reação ou um misturador a jato equipado com um bocal.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato da mistura ser transferida para dentro de um reator de tubo.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato do reator de tubo ser um trocador de calor.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 4 ou 5, caracterizado pelo fato dos materiais iniciais serem resfriados abaixo de 0°C antes de serem misturados.

7. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 4 ou 5, caracterizado pelo fato do calor da reação ser dissipado pela evaporação de amônia dentro do reator de tubo.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 4 ou 5, caracterizado pelo fato da descarga da reação do reator de tubo ser transferida para dentro de uma coluna.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato da triamida ser retirada no fundo da coluna.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato da triamida ser a triamida N-alquiltiofosfórica.