

Настоящее изобретение относится к способам приготовления сыпучих высококонцентрированных сухих ацифлуорфеновых порошков из водного раствора ацифлуорфена в форме соли.

Кроме того, изобретение относится к приготовленным таким образом порошкам и ПВА-пакетам, содержащим порошок.

Гербициды можно наносить на растения по различным методам с использованием композиций различных типов. Из этих различных методов в самых распространенных используют жидкие и сухие композиции. Существует потребность в композициях в форме частиц, а достигаемое по-вышение эффективности обычно в значительной мере зависит от обрабатываемых видов растений, окружающих условий, географической зоны и кли-матологии зоны в период обработки.

Гербицид, известный под тривиальным названием ацифлуорфена, широко применяют для борьбы с различными сорными растениями, таки-ми, как ипомея, аксирис щирицевый, амброзия, канатник Теофраста, лисохвост, сорго дикое, флоридский клевер, дурнишник и прочее (см., на-пример, патенты США 3798276 и 3928416).

В других патентах предлагаются улучшенное гербицидное действие ацифлуорфена и его агро-технически приемлемых солевых форм с добавлением одной водорастворимой соли органической или минеральной кислоты (см. патент США 4508559) и, прежде всего, с добавлением цитрат-ной соли (см. патент США 4549903).

Химическим названием ацифлуорфена является 5-[2-хлор-4-(трифторметил)фенокси]-2-нитро-бензойная кислота; он поставляется на рынок фирмой BASF Corporation под товарными знаками BLAZER® и TACKLE®. Эти продукты выпускают в форме водного раствора натрийацифлуорфена совместно с примесями с содержанием действующего вещества от примерно 43 до 48%. Такой продукт поставляется на рынок фирмой BASF Corporation под товарным знаком BLAZER® TECHNICAL.

Конечный потребитель обычно приобретает ацифлуорфен либо в виде водной смеси натрий-ацифлуорфена, тринатрийцитрата и бутилцелло-зольва как соразтворителя (BLAZER®), либо в ви-де натрийацифлуорфена, липинсульфоната на-трия REAX 910 (фирма Westvaco Corporation) и пропиленгликоля как соразтворителя (TACKLE®).

Ацифлуорфен поставляют на рынок преимущественно в форме агротехнически приемлемых солей, упомянутых выше, поскольку солевая форма обладает высокой водорастворимостью, которая создает удобства для фермера, применяющего этот продукт, расходуя его из своей тракторной цистерны. Так, например, водораствори-мость натриевой формы превышает 119 г/л. Такой водный раствор можно загружать непосредственно в расходную цистерну, в которой находится во-да и откуда после циркуляции в течение нескольких минут его наносят в виде разбавленной водной жидкости на растения, произрастающие на полях.

Ацифлуорфен в его кислотной форме не рас-творяется в сколько-нибудь заметной степени в воде, создавая проблемы из-за наличия дисперсии в расходной емкости, с которыми сопряжена повсеместная химическая обработка в полевых условиях.

До сих пор для конечного потребителя высо-кая водорастворимость солевых форм обуславливает их превосходство перед нерастворимой в во-де кислотной формой. Тем не менее высокая гиг-роскопичность солевой формы создает затруднения технологического порядка при сушке такой со-левой формы. Воду трудно удалить во время сушки.

Попытки удалить воду из ацифлуорфеновых композиций распылительной сушкой приводят к образованию липкой, несипучей массы, большая часть которой налипает на стенки, каналы и стенки циклонов установки для распылительной суш-ки, что делает процесс неэффективным.

Аналогичным образом попытки сушки ациф-луорфеновых композиций, таких, как растворы REAX 910 с BLAZER®, с применением двойной барабанной сушилки вели к образованию липкого материала, который было невозможно соскрести с барабанов.

Более того, сушку обычно также затрудняет пенообразование, которое некоторые сушилки может сделать неэффективными. Так, в периодическом процессе сушки пенообразование может существенно снизить скорость сушки или даже сделать вовсе невозможной сушку такого соединения в степени, достаточной для образования порошка. Все три коммерчески доступные композиции ацифлуорфена (BLAZER® Technical, BLAZER® и TACKLE®) было бы невозможно высушить в некоторых сушилках периодического действия. Попытки сушки таких продуктов либо в ба-рабанной сушилке, либо в сушилке с механическим псевдоожижением слоя, оборудованной из-мельчительными резаками (например, в сушилке Littleford FKM), вызывали интенсивное образование пены, которое делало процесс неэффе- ктивным.

В целом твердые формы гербицидов обладают рядом значительных преимуществ, включая удобство, повышенную стабильность и увеличенный срок годности при хранении, а также уменьшенные затраты на упаковку, при хранении и транспортировке. Кроме того, в перспективе воз-можны обязательные правительственные постановления, требующие выпускать сельскохозяйственные химикаты в твердой форме с целью со-кратить работу с загрязненной этими продуктами упаковкой при применении в полевых условиях и во время складирования. Такие сухие сыпучие гигроскопические гербицидные соединения были бы более безопасными для фермера при применении и размещении, а также позволили бы уменьшить объем образующихся опасных отхо-дов. Расфасовка такого сухого гербицида в рас-творимые пакеты, которые загружают в тракторную цистерну, позволила бы реально устранить его воздействие во время загрузки и образование опасных отходов.

Существует потребность в сухой сыпучей вы-сококонцентрированной порошкообразной форме гигроскопического ацифлуорфена, пригодного для расфасовки в водорастворимые пакеты. Этот

идеальный сухой порошок мог бы включать не только действующий компонент, но также комплекссообразователь, такой, как цитратная соль.

Неожиданно было установлено, что легкосыпучую не слеживающуюся твердую солевую форму ацифлуорфена (такую, как натрийацифлуор-фен), включающую цитратный солевой комплекссообразователь, можно получить распылительной сушкой упомянутого раствора. Цитратную соль растворяют в ацифлуорфеновом (BLAZER® TECHNICAL) растворе и образовавшийся раствор сушат распылением с получением легкосыпучего сухого порошка с приблизительно 73% действующего натрийацифлуорфена.

В качестве агентов, препятствующих слеживанию, в башню с распылителем можно добавлять необязательные приемлемые инертные материалы, такие, как двуокись кремния. Кроме того, сухой порошкообразный ацифлуорфен с нитратной солью может быть также приготовлен в барабанной сушилке.

Предпочтительные формы ацифлуорфена по настоящему изобретению включают все агротехнически приемлемые соли ацифлуорфена, наиболее предпочтительно натрийацифлуорфен.

Задачей настоящего изобретения является создание агротехнически приемлемой ацифлуор-феновой композиции в твердой форме.

Изобретение направлено на разработку способов получения высококонцентрированных твердых ацифлуорфеновых порошков, в частности, задачей настоящего изобретения является разработка способов распылительной сушки с получением ацифлуорфенового сухого порошка.

Поставленная задача решена тем, что в способе приготовления сухого сыпучего порошка ацифлуорфена или его агротехнически приемлемых солей с применением распылительной сушилки, согласно изобретению осуществляют растворение нитратного комплекссообразователя в водном растворе ацифлуорфеновой соли при повышенной температуре и сушку ацифлуорфенового раствора, содержащего ацифлуорфен и цитрат.

Предпочтительно ацифлуорфен применяется в виде натрийацифлуорфена.

Другое решение задачи осуществляется тем, что в способе приготовления сухого сыпучего порошка ацифлуорфена с применением распылительной сушилки с впускаемым потоком горячего воздуха, согласно изобретению осуществляют подачу водного ацифлуорфенового исходного раствора, содержащего тринатрийцитрат, в распылительную сушилку со скоростью, регулируемой для формирования капелек, подачу с регулируемой скоростью во впускаемый поток горячего воздуха распылительной сушилки инертного материала и выпаривание воды, содержащейся в капельках, с помощью впускаемого потока горячего воздуха.

Кроме того, задачей настоящего изобретения является также разработка способа барабанной сушки с получением ацифлуорфенового сухого порошка.

Поставленная задача осуществляется способом приготовления сухого сыпучего порошка агротехнически приемлемых солей ацифлуорфена с применением двойной барабанной сушилки, содержащей два вращающихся барабана с внутренними устройствами создания повышенного давления, скребковыми приспособлениями и зазором между этими двумя вращающимися барабанами, который согласно изобретению включает: растворение цитратного комплекссообразователя в водном растворе, содержащем ацифлуорфен, при повышенной температуре, подачу с постоянной скоростью исходного раствора комплекссообразователя/ацифлуорфена в двойную барабанную сушилку, вращение каждого барабана двойной барабанной сушилки навстречу друг другу, обеспечивая тем самым нанесение на внутреннюю поверхность барабана части водного раствора цитратного комплекссообразователя/ацифлуорфена, в результате чего образуется твердая пленка ацифлуорфена и удаление твердой пленки скребковыми приспособлениями.

Настоящее изобретение решает задачу создания сухой сыпучей порошкообразной формы ацифлуорфена, пригодной для расфасовки в водорастворимые пакеты и применения в них.

Согласно изобретению сухой сыпучий порошок ацифлуорфена или его агротехнически приемлемых солей изготавливается в соответствии со способами, указанными выше.

Изобретение предусматривает расфасовку в ПВА-пакеты сухого сыпучего порошка ацифлуорфена или его агротехнически приемлемых солей, приготовленного в соответствии со способами, указанными выше.

Изобретение поясняется чертежами, на которых:

на фиг. 1 представлена распылительная сушилка, используемая в способе по настоящему изобретению;

на фиг. 2 представлена двойная барабанная сушилка, используемая в способе по настоящему изобретению;

на фиг. 3 представлена вакуумная сушилка Littleford®, используемая в примерах 8-10.

Применяемый в настоящем описании термин "агротехнически приемлемый" включает применение в данной области агротехники, в промышленности и в жилых зонах. Применительно к данному случаю ацифлуорфеновые композиции по настоящему изобретению могут быть использованы при приготовлении смесевых композиций как для упаковок, так и для цистерн.

Предпочтительный вариант выполнения изобретения представляет собой гербицидные композиции, включающие эффективные для агротехнических целей и регулирования роста растений количества ацифлуорфена или любого из его обладающих гербицидной активностью производных или солей в виде сухого сыпучего высококонцентрированного порошка. Наиболее предпочтительной ацифлуорфеновой формой является натрийацифлуорфен. Этот продукт коммерчески доступен под зарегистрированным товарным знаком BLAZER® (фирма BASF Corporation).

Для удобства в настоящем описании в качестве примера, как правило, использован анатрий-ацифлуорфен, однако описанные способы в равной степени применимы и в отношении других солевых форм ацифлуорфена.

В качестве пригодных для использования комплексообразователей можно назвать цитраты, предпочтительно цитраты аммония и/или цитраты калия, а особенно предпочтительны цитраты натрия, прежде всего тринатрийцитрат.

Обычно предпочтительное соотношение между весовым количеством комплексообразователя, такого, как цитратная соль, и весовым количеством ацифлуорфена составляет от примерно 0,1:100 до примерно 35:1.

Несмотря на предлагаемые ниже конкретные значения концентраций различных компонентов по настоящему изобретению, для специалиста в данной области техники, очевидно, что с целью придания приемлемым композициям с различными солевыми формами ацифлуорфена, которые могут быть использованы по настоящему изобретению, особых характеристик могут быть необходимы незначительные изменения концентраций.

Согласно предпочтительному варианту выполнения настоящего изобретения, предусмотрена возможность применения распылительной сушилки такого типа, как представленная на фиг. 1. Как видно на фиг. 1, комплексообразователь, т.е. тринатрийцитрат, объединяют с водным раствором натрийацифлуорфена в расходной емкости 2 с мешалкой и по линии 4 с помощью питающего насоса 6 подают в установку 8 для распылительной сушки. Исходный водный ацифлуорфеновый раствор вводят в установку для распылительной сушки 8 с помощью атомизационного устройства 10. Впускное нагревательное устройство 12 подают в сушилку нагретый воздух при температуре от примерно 150 до примерно 250°C. Образующиеся капельки нагреваются горячим воздухом и вода из них испаряется, в результате чего образуются твердые частицы, содержащие ацифлуорфеновую соль и комплексообразователь. Сухие частицы уносятся воздушным потоком к выходной трубе 24 и затем в циклон 26, где они отделяются от воздуха под действием центробежных сил. Система для сбора продукции может также включать рукавный фильтр для выделения твердых частиц.

В расходном бункере 14 при определенных условиях может храниться вспомогательное вещество, придающее сыпучесть, такое, как диоксид кремния, который подают в установку 8 для распылительной сушки посредством шнекового питателя 16 по патрубку с помощью воздушного эдуктора 18. По другому варианту вспомогательное вещество, придающее сыпучесть, можно вводить в нагревательную трубу или верхнюю часть сушильной камеры в точке отрицательного давления. Такое вспомогательное вещество, придающее сыпучесть, прилипает к формирующимся каплям или не полностью высушенным частицам и ослабляет тенденцию этих не полностью высушенных частиц к налипанию на стенки сушильной камеры. Более того, вспомогательное вещество, придающее сыпучесть, способствует также лучшему хранению продукта, ослабляя тенденцию к слеживанию или комкованию, в частности под воздействием на него атмосферной влаги.

Перед добавлением комплексообразователя натрийацифлуорфеновый раствор вначале предпочтительно нагревать приблизительно до 60°C. Это существенно ослабляет тенденцию ацифлуорфенового раствора к вспениванию при добавлении комплексообразователя.

Скорость подачи исходного водного ацифлуорфенового раствора в распылительную сушилку решающего значения не имеет и зависит от размеров применяемой распылительной сушилки. Для специалиста в данной области техники очевидно, каким образом можно легко определить эту скорость.

Согласно предпочтительному методу раствор ацифлуорфена/комплексообразователя сушат в двойной барабанной сушилке, как это проиллюстрировано на фиг. 2. Двойная барабанная сушилка оборудована парой полых вращающихся барабанов 28, 30, поверхности которых очищаются со-скабливанием ножевыми устройствами 32. Внутрь барабанов подают водяной пар высокого давления, а ацифлуорфеновый раствор по питающей линии 34 непрерывно поступает в зазор между барабанами 36. Этот ацифлуорфеновый раствор следует готовить добавлением комплексообразователя в емкость с мешалкой, как и в примере с распылительной сушкой.

Барабаны вращаются навстречу друг другу, с помощью конвейера 38 часть жидкости, т.е. кипящего ацифлуорфенового раствора, наносится на поверхность барабана 28, 30, где инициируется кипение. В предпочтительном варианте раствор вводят в эту двойную барабанную сушилку с расходом потока от примерно 5 до примерно 200 г/мин на квадратный фут нагретой поверхности. При последующем вращении тонкая пленка воды, содержащей ацифлуорфен, выкипает, по-падая в вытяжной колпак 40, оставляя пленку твердого материала, который соскребается с поверхностей вращающихся барабанов 28, 30 острыми резаками 32. Далее перед расфасовкой в водорастворимые пакеты материал собирают и необязательно добавляют в него вспомогательное вещество, придающее сыпучесть, с целью повысить сыпучесть и придать стойкость к слеживанию. Получаемые в таком процессе чешуйки можно подвергать необязательному измельчению для повышения сыпучести.

Для снижения слеживаемости в барабане или водорастворимом пакете, а также для снижения адгезии к оборудованию при осуществлении описанных способов предусмотрено необязательное использование одной или нескольких инертных добавок, таких, как двуокись кремния или другие вспомогательные вещества, придающие сыпучесть, которые, как правило, добавляют в раствор ацифлуорфеновой соли перед процессом сушки.

Другие инертные добавки включают диоксид кремния в любой форме, в том числе дымящий диоксид кремния, осажденный диоксид кремния, алюмосиликаты, магнийсиликаты и т.п., цеолиты, бентониты, монтмориллониты, аттапульгиты и их смеси.

Предпочтительный диоксид кремния известен как коммерческий продукт Sipemat® 50S.

Соотношение между весовым количеством необязательной инертной добавки и весовым количеством ацилфлуорфеновой композиции во всех таких процессах сушки составляет от примерно 0,2:100 до примерно 3:100, более предпочтительно приблизительно 2:100. Это соотношение приведено в пересчете на всю композицию, а не только на действующее вещество.

Для еще большего повышения сыпучести, ослабления тенденции к слипаемости или слеживаемости или для повышения скорости растворения перед сушкой в исходном растворе при определенных условиях можно растворять связующие, наполнители и/или вещества, придающие рассыпчатость.

Соответствующие связующие, наполнители и/или вещества, придающие рассыпчатость, включают водорастворимые производные целлюлозы, производные целлюлозы, корбоксиметил-целлюлозу, гидроксипропилметилцеллюлозу, водорастворимые камеди, такие, как аравийская камедь, трагакантовая камедь, альгинаты, желатин и поливинилпирролидон, сшитый поливинилпир-ролидон, микрокристаллическая целлюлоза, модифицированные крахмалы, такие, как натрийкар-боксиметилкрахмал, и их смеси.

Другие пригодные наполнители, связующие и/или вещества, придающие рассыпчатость, включают любой водорастворимый крахмал, кукурузный сироп, декстрин или предварительно желатинизированный крахмал, который при комнатной температуре по меньшей мере частично растворим в воде. Так, например, в качестве связующего можно использовать предварительно желатинизированный модифицированный и стабилизированный крахмал кукурузы восковой спелости (коммерчески доступен, выпускается фирмой National Starch and Chemical Corporation под торговым наименованием Instant Celar Gel). Кроме того, можно использовать предварительно желатинизированный кукурузный крахмал (коммерчески доступен, выпускается фирмой Hubinger Company под торговым наименованием OK Pre-Gel).

Другими пригодными для использования связующими являются предварительно желатинизированный пищевой крахмал, полученный очисткой из тапиоки и поставляемый на рынок под торговым наименованием Instant Gel; стойкий, модифицированный амилопектин, поставляемый на рынок под торговым наименованием Kosol; низковязкий тапиоковый декстрин, поставляемый на рынок под торговым наименованием Crystal Gum; декстринизированный кукурузный крахмал, поставляемый на рынок под торговым наименованием Purity Glaze; мальтодекстрин, поставляемый на рынок под торговым наименованием Malttrin, такой, как M040, фирмой Grain Processing Corporation.

Предпочтительное количество связующих, наполнителей и веществ, придающих рассыпчатость, составляет от примерно 0,1 до примерно 99,7%.

Все вышеописанные порошки, содержащие и не содержащие наполнителей, связующих и/или веществ, придающих рассыпчатость, далее можно расфасовывать в водорастворимые пакеты.

Обычно композиции по настоящему изобретению содержат от примерно 0,1 до примерно 80% действующего компонента, предпочтительно от примерно 40 до примерно 70% действующего натрийацилфлуорфена. Расход действующего вещества-регулятора в гербицидном концентрате по настоящему изобретению, как правило, составляет (в пересчете на натрийацилфлуорфен) от примерно 65 до 500 г/акр.

Помимо вышеописанных компонентов, композиции по настоящему изобретению могут также включать другие компоненты или адъюванты, обычно применяемые в данной области техники.

Примерами таких компонентов являются агенты, препятствующие сносу, пеногасители, консерванты, поверхностно-активные вещества, удобрения, фитотоксичные вещества, регуляторы роста растений, пестициды, инсектициды, фунгициды, смачивающие вещества, вещества, повышающие адгезию, нематоциды, бактерициды, микроэлементы, синергисты, антидоты, их смеси и другие адъюванты, которые хорошо известны в области гербицидов.

Однако для достижения оптимального эффекта композиции по настоящему изобретению предпочтительно применять совместно с последующими обработками вышеуказанными компонентами.

Композиции по настоящему изобретению можно наносить на растения. Жидкие и твердые порошкообразные гербицидные композиции на надземные части растений можно наносить по обычным методам, например, нанесением с помощью штанговых приспособлений и вручную с использованием распылителей или опылителей. При необходимости композицию можно наносить воздушным распылением по типу аэрозолей. Смеси по настоящему изобретению предпочтительно использовать в форме водных растворов. Эти смеси применяют обычным путем, например, распылением, атомизацией, орошением или дезинфекцией семян.

Формы применения полностью зависят от цели, с которой используют композиции. В любом случае они должны обеспечивать тонкодисперсное распределение действующих компонентов в композиции. При этом вышеописанные гербицидные композиции можно диспергировать в воде и распылять над растениями в соответствии со способом по настоящему изобретению.

Смешением или измельчением действующих компонентов с твердыми носителями можно готовить порошки, dustы и препараты для обработки разбрасыванием.

Грануляты, например, в оболочке, импрегнированные и гомогенные грануляты, можно готовить связыванием действующих веществ с твердым носителем.

Примерами твердых носителей являются минеральные земли, такие, как кремниевая кислота, силикагели, силикаты, тальк, каолин, аттаклэй, известняк, известь, мел, болюс, лесс, глина, доломит, диатомовая земля, сульфат кальция, сульфат магния, оксид магния, измельченная пластмасса, удобрения, такие, как сульфат аммония, фосфат аммония, нитрат аммония и мочевины, а также

растительные продукты, такие, как мука злаковых культур, мука из коры хинного дерева, древесная мука и мука из ореховой скорлупы, по-рошкообразная целлюлоза и т.п.

Композиции по настоящему изобретению про-являют оптимальное действие даже при низких нормах расхода. Экспериментальным путем спе-циалист в данной области техники, как правило, может легко определить состав конкретного гер-бицидного препарата, обладающего оптимальным соотношением компонентов.

Композиции по настоящему изобретению мо-гут быть приготовлены, например, введением в любом порядке различных компонентов, составляющих композицию по изобретению. Так, напри-мер, можно начать с коммерчески доступной ком-позиции ацифлуорфена, которая представляет собой водный концентрат, включающий от при-мерно 43 до примерно 48% действующего натрий-ацифлуорфена. После этого в любом порядке примешивают соответствующие количества лю-бых необязательных адъювантов или компо- нентов.

Сущность настоящего изобретения проиллю-стрирована на нижеследующих примерах, которые не следует рассматривать как ограничивающие его объем.

#### Пример 1

12,884 г раствора натрийацифлуорфена (BLAZER® Technical), содержавшего 44,76% дей-ствующего натрийацифлуорфена, добавляли в снабженную рубашкой и мешалкой расходную ем-кость распылительной сушилки и горячей водой нагревали до 66°C. В этот раствор добавляли 2,116 г тринатрийцитрата (с влагосодержани-ем 14%) и перемешивали до растворения цитрата. Вязкость образовавшегося раствора при 66°C со-ставляла 110 сП. Этот раствор подавали насосом с расходом 111-128 г/мин к 5-дюймовому снаб-женному прорезью атомизационному колесу, ко-торое вращалось со скоростью приблизительно 17000 об./мин, в распылительной сушилке Niro Utility. Получаемые по такому методу капельки сушили вводимым потоком воздуха при 175°C и температуре на выходе от примерно 117 до при-мерно 126°C.

Получаемый порошок собирали в циклонном сепараторе. Этот порошок обладал сыпучестью и образовывал минимальное количество отложений на стенках. Анализ порошка показал, что он ха-рактеризовался влагосодержанием 0,99%, объем-ной плотностью в необезвоженном состоянии 0,41 г/куб. см и объемной плотностью в обезво-женном состоянии 0,52 г/куб. см. Зольность по данным измерений составила 7,15%. Это свиде-тельствовало о том, что получали сыпучий сухой порошок с объемной плотностью и влагосодержа-нием, обычными для высушенного распылительной сушкой порошка. Такой порошок оказывался пригодным для расфасовки в водорастворимые пакеты.

#### Пример 2

Повторяли эксперимент из примера 1, но по-средством воздушного эдуктора в воздушное пространство с помощью шнекового питателя-дозатора вводили двуокись кремния Sipernat® 50S для смешения с нагретым воздухом, поступающим в сушильную камеру. Эту двуокись кремния пода-вали с расходом 3% от количества вводимого ис-ходного раствора ацифлуорфена в пересчете на сухое вещество. Температуру смеси двуокись кремния /воздух поддерживали на уровне 175°C, а затем смесь вводили в сушильную камеру, пере-мешивая с капельками, образуемыми атомизатором. Конечная температура на выходе составляла от примерно 109 до 125°C.

По мере высыхания порошок выходил из су-шильной камеры и его отделяли с помощью ци-клонного сепаратора. Этот порошок обладал сы-пучестью и образовывал минимальное количество отложений на стенках. Анализ порошка показал, что порошок характеризовался влагосодержанием 0,50%, объемной плотностью в необезвоженном состоянии 0,42 г/куб. см, объемной плотностью в обезвоженном состоянии 0,53 г/куб. см и зольно-стью 8,10%. При сравнении с продуктом из приме-ра 1 эта зольность объяснялась содержанием ди-оксида кремния в 0,95%. Такой порошок оказы-вался также пригодным для расфасовки в водо-растворимые пакеты.

#### Пример 3

Горячий раствор 5000 г жидкого продукта BLAZER® Technical и 835 г тринатрийцитрата гото-вили аналогично примеру 1. Этот раствор по кап-лям подавали в зазор между барабанами двойной барабанной сушилки лабораторного масштаба при скорости вращения горячих барабанов при-близительно 6 об./мин. Барабаны нагревали во-дяным паром под давлением 5,5 бар. Продукт на-липал на барабаны и в процессе вращения бара-банов влага испарялась. Твердую пленку соскребали с барабанов резаками и собирали. Полученный высушенный твердый продукт в виде листочков легко разрушали с переработкой в гранулированный сыпучий порошок с объемной плотностью в необезвоженном состоянии 0,39 г/куб. см, в обезвоженном состоянии 0,56 г/куб. см и влагосодержанием 1,0%. Эти результаты оценивали как приемлемые для расфасовки в водорастворимые пакеты.

#### Пример 4

Для оценки эффективности при уничтожении сорняков и вредного воздействия на культурные растения различных поверхностно-активных ве-ществ и ацифлуорфена в сопоставлении с проме-жуточными сухими сыпучими композициями из ацифлуорфена и тринатрийцитрата (примеры 1 и 2) проводили испытания в теплице. По эффе-ктивности против сорняков и фитотоксичности в отношении культурных растений обе композиции из примеров 1 и 2 проявляли такие же свойства, что и контрольная композиция.

Результаты этого испытания показали, что су-хие сыпучие композиции из примеров 1 и 2 дейст-вуют так же, как и другие, контрольные компо- зиции.

В отличие от вышеприведенных примеров, приведенные ниже примеры иллюстрируют за-труднения технологического порядка при сушке ацифлуорфеновых композиций.

#### Пример 5

Раствор 5000 г жидкого продукта BLAZER® Technical и 81 г продукта Reax 910 готовили (ими-тируя композицию TACKLE®) на том же оборудовании, которое использовали для приготовления исходного раствора из примера 1. Распылительная сушилка вновь работала при температуре на входе 175°C, атомизационное колесо вращалось со скоростью 17000 об./мин, а сырье подавали аналогично описанному в примере 1. Полученный порошок представлял собой исключительно тонкодисперсную липкую пыль, масса которой нали-пала на стенки распылительной сушилки. Получаемый порошок не обладал сыпучестью и по этой причине оказывался непригодным для рас-фасовки в водорастворимые пакеты.

#### Пример 6

Жидкий продукт BLAZER® Technical нагревали до 60°C и по каплям подавали в зазор между барабанами двойной барабанной сушилки в условиях примера 3. Даже когда вращение барабанов замедляли, продукт оказывался слишком липким для получения из него чешуек с помощью резак-ов. На основании этого было сделано заключение, что по такому способу сыпучий порошок пригото-вить невозможно.

#### Пример 7

Раствор жидкого продукта BLAZER® Technical и продукта Reax 910 готовили по методике из примера 5. При 60°C жидкость по каплям подавали в зазор между барабанами двойной барабанной сушилки в условиях примера 3. Даже когда вращение барабанов замедляли, продукт оказы-вался слишком липким для получения из него че-шук с помощью резак-ов. На основании этого бы-ло сделано заключение, что по такому способу сыпучий порошок приготовить невозможно.

#### Пример 8

Другой метод сушки ацидфлуорфена осуществ-ляли с применением вакуумной сушилки перио-дического действия с измельчительными резак-ами, описанной как "сушилка с механическим псев-доожигением слоя", типичным примером которой является вакуумная сушилка типа Littleford® (или Lödige), как это показано на фиг. 3.

Как видно на фиг. 3, вакуумная сушилка 52 со-стоит из двойной рубашки 42, 44. Внутри этой двойной рубашки находится полый вращающийся вал 46 с закрепленными на нем смесительными элементами 48 в форме лемешных лопастей.

Исходный раствор по линии 50 подают в ваку-умную сушильную установку 52. По линии 56 в ру-башку 42, в которую заключена вакуумная су-шильная установка 52, и необязательно по полуму вращающемуся валу 46 подают водяной пар или горячую воду 54. Исходный раствор перемешивается внутри вакуумной сушильной установки 52 с помощью перемешивающего устройства 57. Обо-рудование вакуумной сушильной установки (52) включает обеспечивающее ее работу вакуумное устройство 58, которым может служить насос или вакуумная струйная установка. Вакуум и подаваемое в рубашку тепло вызывают испарение растворителя из исходного раствора. Выпаренный при кипячении растворитель пропускают через ру-кавное фильтрующее устройство 60, выделяют с помощью холодильника 62 и собирают в сборни-ке 64 конденсата.

После выпаривания достаточного количества растворителя начинает образовываться паста. Смесительные элементы 48 применяют для раз-деления пасты, ее разрушения и перемещения внутренней влаги к поверхности, где на нее воз-действует вакуум, повышая скорость сушки. По мере затвердевания продукта измельчительные приспособления измельчают продукт на мелкие частицы, поддерживая высокую скорость сушки.

В 130-литровую сушилку Littleford® (модель FKM-130 с измельчительным резак-ом) направляли исходные растворы композиций из примера 1, примера 5 и примера 6. В эту сушилку Littleford® загружали 77,6 кг раствора тринатрийцитрата /натрийацидфлуорфена состава, указанного в при-мере 1, и начинали нагрев, приводя лемешный смеситель во вращение со скоростью 80 об./мин. В создаваемом в сосуде вакууме под остаточным абсолютным давлением 0,21 бар и при темпера-туре в интервале 60...100°C заметного количества влаги удалить не удавалось. При приближении к 100°C раствор интенсивно вспенивался, а пода-вить пенообразование оказывалось невозможным.

#### Пример 9

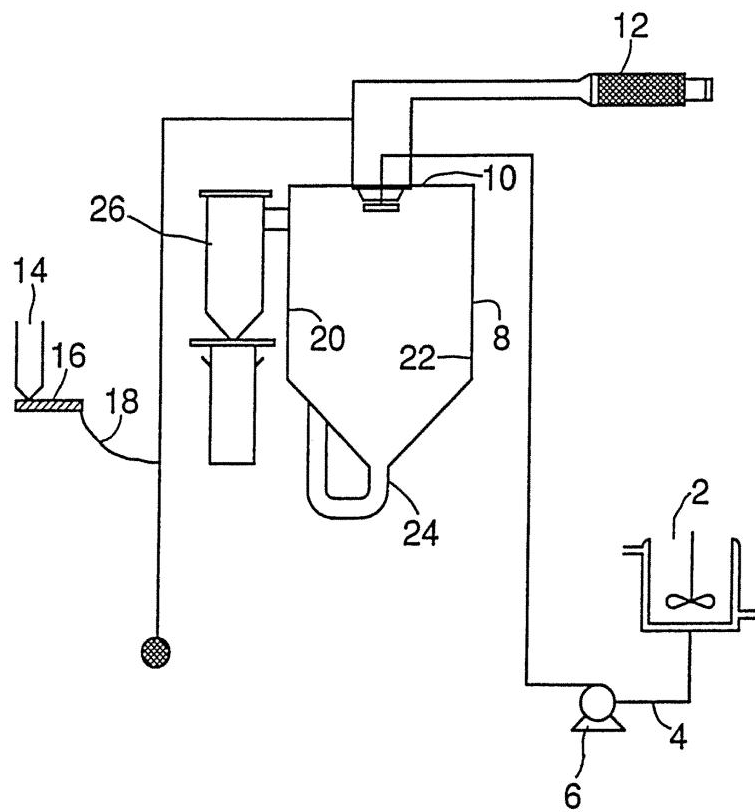
Осуществляли попытку провести эксперимент, аналогичный описанному в примере 8, с помощью сушилки Littleford с использованием раствора 69,4 кг продукта Reax 910 /натрийацидфлуорфена. При 80 об./мин и температуре 60...70°C в сушилке влагу можно было медленно удалять, но после достижения пастообразного состояния дальнейшее выпаривание влаги оказывалось невозможным даже с помощью вращавшегося измельчительного резак-а при абсолютном остаточном давлении 0,07 бар и температуре, превышавшей 120°C. Осмотр внутреннего пространства сушилки показал, что продукт представлял собой цельную большую глыбу, которую можно было удалить вы-рубанием.

#### Пример 10

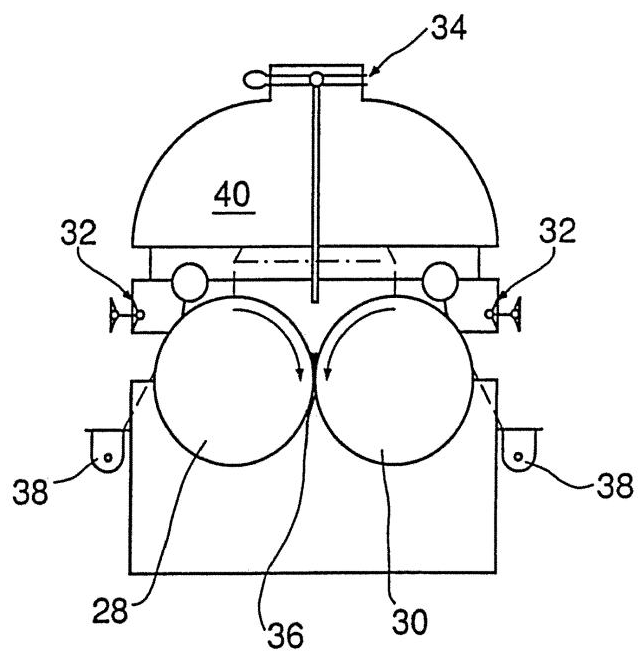
Осуществляли попытку провести эксперимент с использованием исходного продукта из приме-ра 7, т.е. BLAZER® Technical. Загружали 68 кг этой жидкости и начинали нагрев. Создавали вакуум в 0,6 бар. Даже при температуре ниже 60°C масса очень сильно вспенивалась, а удаление влаги в сколько-нибудь заметной степени оказывалось невозможным.

Примеры 8-10 иллюстрируют недостатки при-менения вакуумной сушилки Littleford в качестве устройства для сушки этих продуктов до сыпучего порошка.

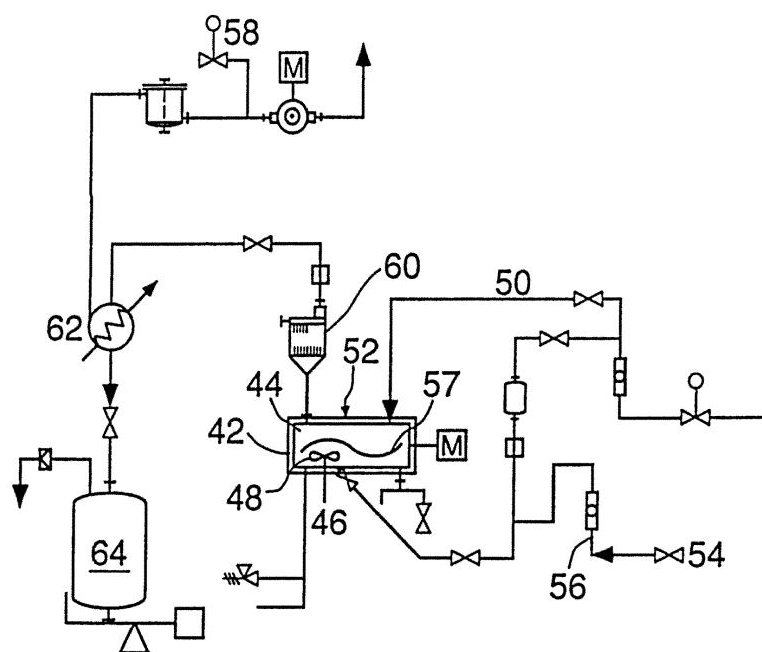
Поскольку конкретные варианты выполнения изобретения описаны выше с иллюстративной це-лью, для любого специалиста в данной области техники очевидно, что в них можно вносить много-численные изменения, не выходя за объем изо-бретения, который определяется прилагаемой формулой изобретения.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3