

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2002 - 255

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **26.07.2000**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **29.07.1999**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1999/146281**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14.08.2002**
(Věstník č. 8/2002)

(86) PCT číslo: **PCT/US00/20340**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO01/08480**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

A 01 N 25/12

A 01 N 57/20

A 01 N 25/30

(71) Přihlašovatel:

**MONSANTO TECHNOLOGY LLC, St. Louis, MO,
US;**

(72) Původce:

Kramer Richard M., Chesterfield, MO, US;

(74) Zástupce:

**Matušková Martina Mgr., Mendlovo nám. 1a, Brno,
60300;**

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob výroby amonium glyfosatu ve formě
prášku**

(57) Anotace:

Způsob přípravy suché granulované formulace obsahující amonium glyfosat a jednu nebo více povrchově aktivních látek, vyznačující se tím, že se (a) smísí (i) pevná glyfosatová kyselina ve formě částic, (ii) s vodou v množství 0,5 až 3 hmotn. díly na hmotn. díl kyseliny glyfosatové, a (iii) zásadou, která dodává amonné kationty, v množství 0,8 až 1,25 molárních ekvivalentů amoniaku na mol kyseliny glyfosatové, za vzniku vodného reakčního média; (b) přičemž probíhá reakce zásady s kyselinou glyfosatovou ve vodném reakčním médiu za vzniku reakčního produktu zahrnujícího koncentrovaný vodný roztok amonium glyfosatu; (c) načež se reakční produkt suší za tvorby pevné látky ve formě částic; (d) které se mezičásticovým třením v turbulentním vysokorychlostním proudu plynu urychlí za tvorby prášku amonium glyfosatu s průměrnou velikostí částic 5 až 20 µm.

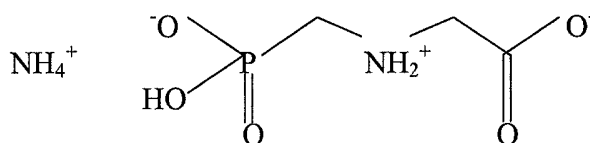
Způsob výroby amonium glyfosatu ve formě prášku

Oblast techniky

Vynález se týká přípravy herbicidní formulace použitelné v zemědělství a v jiných oborech, kde je požadována regulace plevelů nebo jiného rostlinstva. Především se týká přípravy herbicidní aktivní složky, jmenovitě N-fosfonomethylglycinu (glyfosatu) ve formě jeho amoniové soli, jako meziprojektu užitečného v dalším zpracování společně s povrchově aktivní látkou za vzniku ve vodě rozpustné nebo ve vodě dispergovatelné suché částicové herbicidní formulace.

Dosavadní stav techniky

Glyfosatové herbicidy, zejména herbicidy obsahující ve vodě rozpustnou sůl glyfosatu, jsou dobře známé. Konkrétně, monoamoniová sůl glyfosatu je uvedena jako použitelný herbicid například v U.S. patentu č. 4405531 podle Franze. Jestliže nevyžaduje kontext jinak, "amonium glyfosat" zde odkazuje na monoamoniovou sůl glyfosatu, která má chemický vzorec



budiž rozuměno, že molární poměr amonných kationtů ku glyfosatovým aniontům v takové soli není nezbytně přesně 1. Mírný molární nadbytek buď amonných kationtů, nebo glyfosatových aniontů, například poskytující molární poměr asi 0,8 až asi 1,25, není v rozporu s termínem "amonium glyfosat", jak je zde užíván.

Amonium glyfosat je sůl primárního výběru při přípravě suchých glyfosatových herbicidních formulací. "Suchá" formulace zde je kompozice, která je pevná obvykle ve formě částic, které jsou buď agregované jako v granulované kompozici nebo negranulované jako v prášku. Slovo "suchá" zde v této souvislosti nezahrnuje, že je formulace nezbytně prostá vody nebo jiné kapaliny, pouze že je suchá na dotek. Suché formulace mohou obsahovat až asi 5 % podle hmotnosti vody, ale typičtěji je obsah vody menší než asi 1 %, například asi 0,5 % nebo nižší.

Suché formulace glyfosatových herbicidů, podobně jako odpovídající kapalně (normálně vodné) formulace, typicky obsahují kromě glyfosatu jednu nebo více povrchově aktivních látek. Povrchově aktivní látky jsou důležitými složkami glyfosatových formulací, protože když je

glyfosatová formulace ředěna, rozpouštěna nebo dispergována ve vodě pro aplikaci rozprašováním na listí rostliny, povrchově aktivní látky napomáhají zadržování kapének spreje listím, adhezi kapének spreje na listový povrch a pronikání glyfosatu skrz hydrofobní kutikulu, která pokrývá listový povrch, těmito prostředky a jinými možnými postupy, které zvyšují herbicidní účinnost glyfosatu, a je tudíž důležité vybrat vhodnou povrchově aktivní látku nebo kombinaci povrchově aktivních látek, jak je uvedeno v Wyrril & Burnside, *Weed Science* 25, 275-287, 1977.

Optimální množství povrchově aktivní látky pro dodání požadované herbicidní účinnosti je typicky v rozmezí asi 0,2 až asi 1 hmotn. díl povrchově aktivní látky na hmotnostní díl glyfosatu, vyjádřený jako ekvivalent kyseliny (e.a.). Pokud je požadována formulace glyfosatového herbicidu v suché formě, může být obtížné nadávkovat takové množství povrchově aktivní látky do formulace bez toho, že by se formulace stala lepkavou s tendencí slepovat se nebo ztrácet dobré sypké nebo tekuté vlastnosti.

V oblasti techniky jsou známy nejméně tři přístupy pro překonání problémů poskytnutí dostatečného množství povrchově aktivní látky v suché glyfosatové formulaci. První a nejprímější je přidat inertní částicový nosič, který může absorbovat nebo adsorbovat povrchově aktivní látku do míry dostatečné pro vyvarování se výše zmíněných problémů. Nosič může být nerozpustný, ale dispergovatelný ve vodě, jako například v případě částicového oxidu křemičitého, nebo může být rozpustný ve vodě, jako například v případě síranu amonného. Nicméně, přídavek takového nosiče nevyhnutelně snižuje maximální nanesení glyfosatového herbicidu, kterého může být dosaženo v této formulaci, a z tohoto důvodu podstatně přidává na ceně za jednotku glyfosatu e.a. výsledné formulace. V tomto ohledu by mělo být uznáno, že náklady zpracování jsou významným prvkem v ceně suché formulace a že náklady zpracování jsou diktovány objemem vyráběného produktu. Produkt, který musí být vyráběn ve velkém objemu, protože jeho nanášení aktivní složky je nízké, se prodražuje za jednotku aktivní složky.

Druhý přístup, jak je názorně ukázán v U.S. patentu č. 4931080 podle Chan & Djafar, poskytuje povrchově aktivní látku, která je pevná při teplotě prostředí. Při tomto přístupu je povrchově aktivní látka před smísením s částicovým glyfosatovým herbicidem a vodou roztavena tak, že při sušení a chlazení povrchově aktivní látka tuhne za tvorby základní hmoty obklopující herbicidní částice. Není potřebný inertní nosič. Bohužel výčet povrchově aktivních látek, které jsou pevné při teplotě prostředí, nezahrnuje mnoho povrchově aktivních látek, které patří mezi nejúčinnější pro zvýšení glyfosatové herbicidní aktivity.

Třetí přístup, tudíž, jak je názorně uveden v U.S. patentu č. 5656572 podle Kuchikata a spol. ('patent 572'), poskytuje povrchově aktivní látku, která je kapalná při teplotě prostředí a

zajišťuje, aby částice glyfosatového herbicidu samy absorbovaly nebo adsorbovaly dostatečné množství povrchově aktivní látky pro potlačení problémů lepkavosti, tvrdnutí a špatné sypkosti. Patent 572 říká, že tohoto může být dosaženo nejsnáze, jestliže je vybraná povrchově aktivní látka taková, že gelovatí, pokud je přidána do vody. Nicméně je také jasné, že absorpční a/nebo adsorpční vlastnosti částic glyfosatového herbicidu výrazně ovlivňují množství kapalně povrchově aktivní látky, která může být obsažena ve formulaci.

Amonium glyfosat je sůl výhodná pro použití při přípravě suchých glyfosatových formulací z mnoha důvodů, ale asi hlavně z toho důvodu, že amonium glyfosat je relativně nehygroskopický. Soli oblíbené při přípravě vodných formulací, jako například isopropylamoniová sůl nebo trimethylsulfoniová sůl, je velmi obtížné vysušit do krystalického stavu a již jednou suché mají silnou tendenci znovu absorbovat vodu. Sodná sůl, uvedená jako použitelná v suchých glyfosatových herbicidních formulacích, například v mezinárodní patentové přihlášce č. WO 8704595, je mnohem méně hygroskopická než tyto soli, ale vyžaduje nicméně balení materiálem vodou velmi neprostupným pro potlačení absorpce vodní páry z atmosféry a následnou ztrátu volně tekutých vlastností. U.S. patent č. 5324708 podle Moreno a spol. uvádí postup přípravy nehygroskopického amonium glyfosatu; nicméně suchý amonium glyfosat připravený jakýmkoli známým postupem je přiměřeně nehygroskopický pro většinu praktických účelů.

U.S. patent č. 5266553 podle Champion & Harwell uvádí postup přípravy suchého ve vodě rozpustné kompozice zahrnující sůl herbicidní sloučeniny, která obsahuje funkční skupinu karboxylové kyseliny. Tento postup zahrnuje tvorbu vodného roztoku nebo řídké suspenze této soli reakcí herbicidní sloučeniny s neutralizující zásadou za přítomnosti vody, a poté odstranění vody za vzniku suché soli. Postup je zaměřen zejména na herbicidy substituovaných benzoových kyselin a herbicidy fenoxysubstituovaných karboxylových kyselin, ale je uváděn též jako použitelný pro glyfosat. Jak je uvedeno níže, suchý prášek amonium glyfosatu připravený procesem reakce řídké suspenze se ukázal jako obecně nevhodný pro následnou formulaci s povrchově aktivní látkou.

Komerční herbicidy ve formě suchých ve vodě rozpustných granulí obsahujících amonium glyfosat společně s kapalnou povrchově aktivní látkou zahrnují herbicidy Roundup® Dry, Roundup® Max a Rival®, s nimiž obchoduje Monsanto Company v několika zemích.

Byla zveřejněna řada granulačních postupů, které jsou vhodné pro přípravu ve vodě rozpustných a ve vodě dispergovatelných granulí amonium glyfosatu s kapalnou povrchově aktivní látkou. Jeden takovýto postup je granulace při hnětení. Nicméně používanějším granulačním postupem pro formulaci suchého amonium glyfosatu je extruzní granulace. Jedním

příkladem takového postupu je ten, který je široce popsán v britském patentu č. 1433882 ('patent 882'), vyjma toho, že primární aktivní složka, a to amonium glyfosat, je spíše ve vodě rozpustná než ve vodě nerozpustná, jak je tomu v postupu podle 'patentu 882'. V tomto názorném postupu, je amonium glyfosat smíchán s povrchově aktivní látkou a malým množstvím vody za tvorby extruzní vlhké směsi, která je pak extrudována za tvorby provazců extrudátu, které se samovolně lámou v bodě extruze nebo krátce poté za tvorby krátkých válcovitých granulí, které jsou pak sušeny. Sušení je s výhodou prováděno ve fluidní sušárně. Množství vody ve vlhké směsi je pro proces kritické. Jestliže je směs příliš vlhká, provazce extrudátu se nelámou snadno za tvorby jednotlivých granulí. Navíc provazce extrudátu mají tendenci slepovat se dohromady a/nebo tvořit hrudky. Jestliže je směs příliš suchá, výsledné granule jsou drolivé a mají tendenci tvořit významné množství jemného částicového materiálu v průběhu sušení nebo později, v průběhu manipulace s balenými granulemi. Volitelně může být mezi extrudací a sušením vložen krok válcování nebo zpracování v bubnu, jak se uvádí v U.S. patentu č. 5443764 podle Lloyd, pro vylepšení jednotnosti velikosti a tvaru granulí.

O způsobu, kterým je připravován amonium glyfosat používaný jako meziprodukt při výrobě konečné formulace, bylo zjištěno, že ovlivňuje do velké míry absorpční a/nebo adsorpční vlastnosti částicového amonium glyfosatu s ohledem na kapalnou povrchově aktivní látku. Absorpční a adsorpční vlastnosti částic amonium glyfosatu jsou zvláště důležité tam, proces extruze, jako například ten, který je uveden ve výše odkazovaném 'patentu 572', má tendenci produkovat částicový amonium glyfosat s dostatečnou mírou absorpce a/nebo adsorpce, což umožní uspokojující formulace s až asi 25 % podle hmotnosti kapalně povrchově aktivní látky, jako například polyoxyethylen talloaminu. Naproti tomu, reakce vodné řídké suspenze kyseliny glyfosatové s bezvodým amoniakem nebo vodným amoniakem (hydroxidem amonným) má tendenci poskytovat relativně neabsorptivní nebo neadsorptivní částice amonium glyfosatu.

Protože bezvodý nebo vodný amoniak jsou mnohem levnější zdroje amonných kationtů než hydrogenuhličitan amonný, byla učiněna řada pokusů vyvinout postupy, kde kyselina glyfosatová reaguje s bezvodým nebo vodným amoniakem, kde navíc výsledný amonium glyfosat je vhodný pro následnou formulaci s povrchově aktivní látkou, zejména s kapalnou povrchově aktivní látkou. K dnešnímu dni bylo úspěchu dosaženo pouze, pokud k reakci dochází za přítomnosti velmi malých množství vody, například asi 7 hmotn. dílů nebo méně vody na 100 hmotn. dílů suchých složek. U.S. patent č. 5614468 podle Kramer a spol. uvádí takový postup, kde pevná částicová kyselina glyfosatová reaguje s vodným amoniakem, a U.S. patent č. 5633397 podle Gillespie a spol. uvádí takový postup, kde pevná částicová kyselina glyfosatová reaguje s bezvodým plynným amoniakem.

Postupy, kde dochází k acidobazické reakci ve vodném médiu, generující koncentrovaný vodný roztok amonium glyfosatu, jsou snadněji regulovatelné než výše uvedené postupy v pevné fázi. Navíc, exotermická povaha reakce je příčinou nutnosti disipace tepla, která představuje mnohem méně problémů ve vodném médiu z důvodu snadnějšího zajištění přiměřeného mísení a tudíž tepelné výměny než je možné při procesu v pevném stavu. Je zde tudíž dlouho pocítovaná potřeba v oblasti techniky vyvinout proces v řídké suspenzi pro výrobu amonium glyfosatu, kde vytvořený amonium glyfosat je vhodný pro následnou formulaci s vhodnou povrchově aktivní látkou, zejména vhodnou kapalnou povrchově aktivní látkou, pro poskytnutí suchého prášku nebo zrnité formulace s vyšším stupněm herbicidní účinnosti a navíc poskytující dobré vlastnosti pro skladování bez slepování se a dobré vlastnosti tekutosti.

Vynález poskytuje právě takový způsob.

Podstata vynálezu

Způsob přípravy prášku amonium glyfosatu, jehož podstatou je, že se (a) mísí (i) pevná glyfosatová kyselina ve formě částic, (ii) voda v množství asi 0,5 až asi 3 hmotn. díly na hmotn. díl kyseliny glyfosatové, a (iii) zásada, která dodává amonné kationty, v množství asi 0,8 až asi 1,25 molárních ekvivalentů amoniaku na mol kyseliny glyfosatové, za tvorby vodného reakčního média; (b) přičemž probíhá reakce kyseliny glyfosatové se zásadou v reakčním médiu za vzniku reakčního produktu zahrnujícího koncentrovaný vodný roztok amonium glyfosatu; načež se (c) reakční produkt suší za vzniku pevné látky ve formě částic, které se poté (d) urychlují v turbulentním vysokorychlostním proudu plynu za vzniku mezičásticového tření prášku amonium glyfosatu s průměrnou velikostí částice asi 5 až asi 20 μm .

S výhodou je mísí (a) pevná glyfosatová kyselina ve formě částic a voda za současného promíchávání za tvorby řídké suspenze, a poté se k řídké suspenzi přidá za pokračujícího míchání zásada, která dodává amonné kationty.

S výhodou krok (c), který zahrnuje sušení reakčního produktu jeho kontaktem s vyhřívaným povrchem za tvorby pevné usazeniny na vyhřívaném povrchu a poté získání pevné usazeniny ve formě pevných částic.

V dalším provedení vynálezu je poskytnut způsob přípravy suché granulované formulace obsahující amonium glyfosat a jednu nebo více povrchově aktivních látek, zahrnující kroky (a) až (d) popsané výše, následované (e) mísením asi 75 až asi 90 hmotn. dílů prášku amonium glyfosatu s asi 10 až asi 25 hmotn. díly jedné nebo více povrchově aktivních látek, a s asi 3 až asi 10 hmotn. díly vody na 100 hmotn. dílů složek jiných než voda, za tvorby extrudovatelné vlhké směsi; (f) granulační krok, který zahrnuje extrudaci vlhké směsi za tvorby provazců extrudátu,

kteře se lámou za vzniku mokřých soudřžných granulí; a (g) sušení granulí za tvorby suché granulované formulace. Volitelně způsob zahrnuje další krok (h) třídění sušených granulí pro odstranění nebo recyklaci granulí, úlomků granulí a shluků granulí, kteře jsou mimo požadované rozmezí velikostí.

S výhodou je extrudovatelná vlhká směs tvořená v kroku (e) konzistence takové, že provazce extrudátu tvořené v kroku (f) se lámou samovolně při extruzi za tvorby granulí. Nicméně, volitelně krok (f) dále zahrnuje lámání nebo řezání provazců extrudátu za vzniku granulí. Ať už krok (f) zahrnuje či ne takový úkon lámání či řezání, volitelně krok (f) zahrnuje válcování a/nebo zpracování navlhčeného granulátu v bubnu, aby byl granulím propůjčen sférický tvar a větší jednotnost velikosti.

V prvním kroku výhodného způsobu podle vynálezu, tj. kroku (a), jak je definován výše, je přidán 1 hmotn. díl pevné glyfosatové kyseliny ve formě částic k asi 0,5 až asi 3 hmotn. dílům vody za současného míchání za tvorby řídké suspenze. Kyselina glyfosatová je s výhodou stejnoměrně dispergovaná v řídké suspenzi, ale shlukování částic kyseliny glyfosatové do malých shluků obecně není na újmu. Relativní množství vody a kyseliny glyfosatové používaná pro přípravu řídké suspenze nejsou úzce kritická v rozmezí uvedeném výše. Nicméně, je obecně žádoucí vytvořit, v kroku (b), kteřý následuje, roztok amonium glyfosatu o vysoké koncentraci, například asi 40 % až asi 60 % podle hmotnosti; to znamená, že v kroku (a) na každých 100 kg (na suchém základě) kyseliny glyfosatové v řídké suspenzi je žádoucí mít asi 73 až asi 165 kg vody.

Mohou být použity částice kyseliny glyfosatové o jakékoli čistotě. Kyselina glyfosatová technické čistoty, například ve formě vlhkého kusu o asi 8 % až asi 12 % obsahu vlhkosti, se ukázala být vhodnou, ale pokud je to požadováno, kyselina glyfosatová může být předsušena a/nebo předem rozmělněna. U specifikovaných množství nebo koncentrace kyseliny glyfosatové nebo amonium glyfosatu by se nebre v úvahu vlhkost, kteřá může být přítomna, ale naopak jsou zahrnuty menší množství nebo nižší koncentrace nečistot. Typicky vlhký kus kyseliny glyfosatové technické čistoty má stanoveného glyfosatu na suché bázi asi 95 % nebo více, což značí, že takové nečistoty tvoří méně než asi 5 % hmotnosti kyseliny glyfosatové technické čistoty.

Do řídké suspenze mohou být volitelně přidány nebo přítomny jiné látky. Například malé množství siřičitanu sodného může být přidáno pro inhibici tvorby nitrosaminu. Míchání je požadováno, aby se vytvořila a udržovala homogenní řídká suspenze; toto může být obstaráno jakýmikoli vhodnými prostředky.

Názorně může být řídká suspenze vytvořena umístěním 75 kg vody do nádrže, a přidáním, za míchání, 100 kg vlhkého kusu glyfosatu o 10 % obsahu vlhkosti a, pokud je to požadováno, 0,4 kg siřičitanu sodného.

Ve stejném výhodném způsobu podle vynálezu, zásada, která dodává amonné kationty je pak přivedena do nádrže s řídkou suspenzí obsahující kyselinu glyfosatovou tak, že probíhá v kroku (b) acidobazická reakce za vzniku amonium glyfosatu. Může být použita jakákoli zásada, která dodává amonné kationty, včetně uhličitanu amonného a hydrogenuhličitanu amonného. Nicméně, obecně je výhodné používat vodný nebo bezvodý amoniak. Jestliže je používán vodný amoniak (tj. hydroxid amonný), množství vody dodávané vodným amoniakem dále zředí řídkou suspenzi. Typicky vodný amoniak obsahuje asi 29 hmotn.% amoniaku a může být tudíž uvažováno, že je dodáno asi 71 hmotn.% jako voda. Toto by mělo být začleněno do výpočtu množství vody použité při přípravě řídké suspenze kyseliny glyfosatové. Bezvodý amoniak může být dodáván v kapalném nebo plynném stavu.

Ačkoli kroky mísení a reakce (a) a (b) podle pořadí jsou zde popsány jako oddělené kroky, odborník v oblasti techniky bude chápat, že acidobazická reakce začíná, jakmile přijde do styku první část kyseliny a zásady ve vodném reakčním médiu. Reakce může být v podstatě dokončena v průběhu času přidávání zásady k řídké suspenzi.

S výhodou je vodný nebo bezvodý amoniak přidáván v přibližně stechiometrickém množství, což má za následek vytváření monoamonium glyfosatu. Jestliže je přidáno méně než 1 molární ekvivalent amoniaku na mol kyseliny glyfosatové, část kyseliny glyfosatové zůstane nezneutralizovaná. Jestliže je tato část malá, například méně než asi 20 %, což má za následek přítomnost alespoň asi 4 molů amonium glyfosatu na mol nezneutralizované kyseliny glyfosatové, není to obecně nepřijatelné.

Na druhou stranu, jestliže je přidán více než 1 molární ekvivalent amoniaku na mol kyseliny glyfosatové, část glyfosatu může být uvažována jako přítomná ve formě diamonné soli. Následující sušení reakčního produktu bude, v takové situaci, mít tendenci vést k těkání amoniaku. Z tohoto důvodu by mělo být množství amoniaku přidané v kroku (a) nižší než asi 1,25 molární ekvivalent na mol kyseliny glyfosatové. Nicméně je výhodné přidávat asi 0,95 až asi 1,05 molárního ekvivalentu amoniaku na mol kyseliny glyfosatové.

Reakce amoniaku s kyselinou glyfosatovou je exotermická. Pokračující míchání suspenze v kroku (b) je důležité pro poskytnutí účinného převodu tepla, stejně jako pro zajištění úplného a jednotného zreagování. Konverzí kyseliny glyfosatové na amonium glyfosat se glyfosat rozpouští ve vodě. Produkt reakčního kroku tudíž zahrnuje koncentrovaný vodný roztok amonium glyfosatu. "Koncentrovaný" vodný roztok amonium glyfosatu zde označuje roztok

obsahující alespoň asi 20 hmotn.%, s výhodou alespoň asi 40 hmotn.%, a nejlépe alespoň asi 55 hmotn. % amonium glyfosatu. Horní hranice je hranicí rozpustnosti amonium glyfosatu ve vodě, která je teplotně závislá.

Zatímco reakční produkt zahrnuje tento koncentrovaný vodný roztok, může také obsahovat nerozpuštěné pevné částice, v tomto případě je reakční produkt přesněji popisován jako suspenze. Tyto nerozpuštěné pevné částice mohou být amonium glyfosat nebo nezneutralizovaná kyselina glyfosatová.

Je výhodné uchovávat reakční produkt při zvýšené teplotě, například asi 65 °C až asi 85 °C, pro maximální rozpustnost amonium glyfosatu.

Další krok postupu, t.j. krok (c) definovaný výše zahrnuje sušení tohoto reakčního produktu jeho kontaktem s vyhřívaným povrchem, přičemž dochází k primárnímu vypařování vody za tvorby pevné usazeniny na vyhřívaném povrchu. Bylo zjištěno, že jiné metody sušení než ty, které zahrnují kontakt s vyhřívaným povrchem, například metody mžikového sušení a sušení rozprašováním a jejich modifikace, přinášejí neuspokojivé výsledky, pokud jde o účinnost procesu.

Vyhřívaný povrch je s výhodou povrch válce jako například buben nebo válec, a je to s výhodou kovový povrch poskytující dobrou tepelnou vodivost, přičemž není poddajný korozi při kontaktu s reakčním produktem kroku (b). Vhodné kovové povrchy poskytují, například nerezová ocel nebo pochromování. V případě válce je teplo na povrch s výhodou dodáváno z tepelného zdroje nebo vektoru uvnitř válce. Bylo zjištěno, že hodným vektorem tepla je přehřátá pára. Teplota zahřívání povrchu může být regulována nastavením tlaku, pod kterým je do válce dodávána přehřátá pára; mohou být ilustrativně použity tlaky od asi 250 do asi 1000 kPa, ale s výhodou je tlak páry asi 500 až asi 900 kPa. Vyšší tlaky páry v tomto rozmezí, vytvářející vyšší teploty povrchu, mají tendenci vést k rychlejšímu a úplnějšímu vysušení. Teploty by neměly být tak vysoké, ani doba sušení pevné usazeniny na vyhřívaném povrchu tak dlouhá, aby glyfosat podstupoval tepelný rozklad, proces, který nastává při 200 až 230 °C, jak je popsáno v publikaci J.E. Franz a spol. v American Chemical Society Monograph 189, Glyphosate, a Unique Global Herbicide, 1997, str. 27 a 244. Lze očekávat určité těkání amoniaku v průběhu kroku sušení, ale poskytovaná teplota vyhřívaného povrchu není tak vysoká a doba zdržení produktu není příliš dlouhá, takže obecně je těkání minimální a nepředstavuje žádné problémy.

Kde krok sušení zahrnuje rozprašování reakčního produktu v zahříváném plynném médiu, jako při mžikovém sušení nebo sušení rozprašováním, výsledná pevná látka je automaticky získávána ve formě částic. Nicméně v případě kontaktního sušení, jak je popsáno bezprostředně výše, se tvoří na vyhřívaném povrchu pevná usazenina a ta musí být získávána například

seškrabováním usazeniny z povrchu. Typicky takový proces seškrabování rozbíjí tuhou hmotu do formy částic jako například vloček, hrubého prášku nebo granulí, nebo jednotlivých krystalů. Když je krok sušení prováděn účinně, obsah vlhkosti hmoty ve formě částic je typicky pod asi 3 hmotn.% a s výhodou je pod asi 1,5 hmotn.%, ještě výhodněji pod asi 1 hmotn.%.

Z výše uvedeného popisu bude odborníkům z oblasti techniky jasné, že typ zařízení známého jako bubnová sušárna nebo válcová sušárna může poskytnout potřebný vyhřívaný povrch pro krok (c) tohoto způsobu. Také bude jasné, že podobně vhodné mohou být také jiné typy zařízení s vyhřívaným povrchem. Následující popis použití bubnového nebo válcového sušicího zařízení při provádění kroku (c) způsobu by nemělo být vykládáno jako omezující vynález na použití takového zařízení pro provedení tohoto kroku způsobu. Bubnové nebo válcové sušárny jsou popsány, například v *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*, Ed. J.J. McKetta, sv. 17, vyd. Marcel Dekker, Inc., 1983, str. 17 až 19; v *Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 5. vydání, sv. B2, vyd. VCH, 1988, str. 4.25-4.27; a v *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 4. vydání, sv. 8, vyd. John Wiley & Sons, 1993, str. 512-514. Jiná schémata kontaktních sušáren, které mohou být nahrazeny, pokud je to žádoucí, jsou popsána v těchto publikacích.

Bubnové sušárny mohou mít jednoduché otáčení vyhřívaného bubnu nebo, výhodněji pro tento způsob, dva paralelní vyhřívané bubny, které se otáčejí v opačných směrech, jeden po směru a druhý proti směru hodinových ručiček. Osa rotace je normálně horizontální nebo téměř horizontální. Při činnosti jsou od sebe povrchy paralelních bubnů odděleny velmi úzkou, většinou nastavitelnou, mezerou známou jako "styčná linka". Šířka mezery, známá jako "bubnová proluka", na styčné lince je typicky nastavena na asi 2 až asi 10 mm, s výhodou asi 3 až asi 7 mm. S výhodou se bubny otáčejí takovým způsobem, že se povrchy sbíhají nad styčnou linkou, čímž se přivádí materiál usazený na každé nebo na obou površích do styčné linky.

Při provádění kroku (c) způsobu podle vynálezu v bubnové sušárně je přiváděn reakční produkt kroku (b) na sbíhající se povrchy paralelních bubnů. Reakční produkt může být přiváděn rozstříkáváním, ale vyšší účinnosti je obvykle dosaženo, pokud se nechá reakční produkt přitékat z trubice, jejíž konec se kývá jako kyvadlo nad sbíhajícími se povrchy bubnů a nad styčnou linkou. Rychlost otáčení bubnů a teplota povrchů jsou regulovány tak, že je umožněno odpařování většiny vody v reakčním produktu nad styčnou linkou. Další sušení nastává ve styčné lince a pod styčnou linkou, což má za následek tvorbu tenké, více nebo méně souvislé, pevné usazeniny, která ulpívá na površích obou bubnů. Bylo zjištěno, že proces probíhá nejúčinněji, když je sušení nad styčnou linkou takové, že vede k hromadění husté suspenze ve styčné lince.

V typické bubnové sušárně je stacionární škrabací nůž nakloněn paralelně k ose každého

bubnu, škrabací ostří nože je v kontaktu s povrchem bubnu. Nůž je vychýlen tak, že je škrabací ostří orientováno proti rotačnímu pohybu povrchu bubnu. Jelikož se povrch bubnu pohybuje proti škrabacímu ostří nože, je jakákoli pevná usazenina na něm odstraněna z povrchu a padá nebo je dopravována do výsypky nebo jiné sběrné nádoby. V průběhu seškrabování se pevný materiál rozpadá na malé vločky.

Přesné umístění seškrabovacích čepelí vzhledem ke styčné lince bubnů není rozhodující, ale pro maximální usušení je obvykle žádoucí umožnit dostatečně dlouhou dobu kontaktu pevné usazeniny s vyhřívanými povrchy bubnů, a z tohoto důvodu je vhodné umístění pro škrabací nůž pro každý buben přibližně diametricky oproti styčné lince, t.j. asi 180° od styčné linky ve smyslu rotace bubnu, nebo mírně nad tímto umístěním. Typické umístění je asi 180° až 220° , například asi 200° od styčné linky.

Vločky pevné hmoty vytvářené seškrabováním usazeniny hmoty z vyhřívaného povrchu mohou představovat dělenou pevnou látku, která vstupuje do kroku (d) způsobu podle vynálezu. Nicméně tyto vločky mají tendenci vyvolat nízkou objemovou hustotu a často nejsou účinně zpracovány v kroku (d). Z tohoto důvodu je po získání sušeného materiálu výhodné rozdrtit vločky za tvorby pevné látky ve formě částic pro použití v kroku (d). Takový volitelný krok rozdrčení je zde uveden jako "před-drcení" pro jeho odlišení od dalšího zmenšení velikosti, ke kterému dochází v kroku (d).

Před-drcení může být prováděno v jakémkoli vhodném zařízení, neomezuje příklady jsou mechanické drtiče jako například kolíkový mlýn nebo kladivový mlýn. Velikost částic před-drceného materiálu není striktně určena, pokud je materiál vhodný pro přívod do zařízení popsaného níže pro krok (d).

Krok vzniku prášku amonium glyfosatu s průměrnou velikostí částic asi 5 až asi $20\ \mu\text{m}$, tj. krok (d) způsobu podle vynálezu definovaný výše, vyžaduje pečlivou pozornost. Bylo překvapivě zjištěno, že ze všech typů zařízení známých v oblasti techniky pro zmenšení velikosti částic pod asi $20\ \mu\text{m}$, většina je nevhodná pro tento způsob, z důvodů účinnosti způsobu, kvality produktu pro následnou formulaci nebo obojího. Neočekávaně kritickým bylo zjištěno použití zařízení, ve kterém je urychlována dělená pevná hmota z kroku (c) v turbulentním vysokorychlostním proudu plynu, kde je generován prášek amonium glyfosatu o požadované velikosti částic primárně mezičásticovým třením.

Vhodným zařízením je fluidní mlýn nebo proudový mlýn popsané například v *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*, ed. J. J. McKetta, sv. 50, pub. Marcel Dekker, Inc., 1995, str. 433-435; v *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 5. vydání, sv. B2, pub. VCH, 1988, str. 5.33-5.35; v *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 4.

vydání, sv. 22, pub. John Wiley & Sons, 1997, str. 291-293` a v *Perry's Chemical Engineer's Handbook*, 7. vydání, pub. McGraw-Hill, 1997, str. 20.47-20.48. Takové zařízení je potřeba odlišit od mechanického mlýnu, kde rozmělnění částic nastává primárně úderem kladivové nebo bucharové části nebo kolíků. Některé mechanické mlýny mají integrální vzduchové třídíče, ve kterých je proud vzduchu používán pro oddělení částic různých velikostí; nicméně v takových mlýnech, někdy nazývaných mlýny se vzduchovým tříděním, mezičásticové tření, ke kterému dochází v proudu vzduchu, je druhotné vůči mechanickému nárazu při snižování velikosti částic. Mlýny se vzduchovým tříděním byly shledány jako nevhodné pro použití v kroku (d) způsobu podle vynálezu, ačkoli mohou být používány pro operaci před-drcení nastíněnou výše.

Při fluidním nebo proudovém mletí, dosažená konečná velikost částic závisí na počáteční velikosti částic a na době zdržení v mlýnu, poslední jmenovaná závisí střídavě na rychlosti přívodu. Čím menší je počáteční velikost částic, tím větší je přívodová rychlost, při níž může mlýn pracovat za tvorby konečných částic dané průměrné velikosti. Protože mají fluidní mlýny mnohem vyšší spotřebu energie než mlýny s mechanickým nárazem, je obecně ekonomičtější provést před-drcení v mlýnu s mechanickým nárazem, jak je popsáno výše, a dokončit operaci zmenšení velikosti ve fluidním mlýnu.

Turbulentní vysokorychlostní proud plynu při operaci fluidního nebo proudového mletí může být proud vzduchu, nebo eventuálně dusík nebo jiný plyn. Dobré výsledky byly získány užitím vzduchu, dodávaného za tlaku asi 690 kPa.

V konečném rozmezí velikostí asi 5 až asi 20 μm zde specifikovaném, čím menší je velikost částice, tím více vyhovující je prášek amonium glyfosatu pro následnou formulaci. To je pravděpodobně zčásti způsobeno postupujícím nárůstem plochy povrchu dostupného pro adsorpci povrchově aktivní látky, zatímco se průměrná velikost částic stává menší. S výhodou má prášek amonium glyfosatu tvořený v kroku (d) způsobu podle vynálezu průměrnou velikost částic asi 5 až asi 15 μm , výhodněji asi 5 až asi 10 μm . Eventuálně má prášek amonium glyfosatu tvořený v kroku (d) s výhodou specifickou plochu povrchu asi 1,25 až asi 3 m^2/g , výhodněji asi 1,5 až asi 3 m^2/g . Ideálně má prášek amonium glyfosatu tvořený v kroku (d) průměrnou velikost částic asi 5 až asi 7 μm a specifickou plochu povrchu asi 2,25 až asi 3 m^2/g .

Nicméně platí, že zatímco se zdá být malá velikost částic, zřejmě kvůli provázejícímu velkému povrchu, nezbytnou podmínkou pro dobrou následnou zpracovatelnost, jak je zde popsána, není to podmínka dostačující. Částice v rozmezí potřebné velikosti byly vyráběny, například bubnovým sušením s následným mechanickým mletím, což se ukázalo být jako nevhodné pro následnou formulaci. V současnosti není zcela jasné, proč částice tvořené primárně

srážkou mezi částicemi, jako ve fluidním nebo proudovém mlýnu, by měly mít vhodnější vlastnosti pro následnou formulaci, než podobně velké částice vytvořené jinými prostředky.

Provedení vynálezu poskytuje způsob, kde prášek amonium glyfosatu připravený kroky (a) až (d) je dále zpracován s povrchově aktivní látkou za tvorby granulované formulace kroky (e) až (g) a volitelně krokem (h) definovanými výše. Tyto kroky (e) až (h) jsou známy v oblasti techniky, ale nebyly dříve úspěšně aplikovány na prášek amonium glyfosatu vyráběný způsobem zahrnujícím reakci kyseliny glyfosatové a amoniaku ve vodné řídké suspenzi. Zdá se, že použití turbulentního vysokorychlostního proudu vzduchu v kroku (d) pro ovlivnění snížení velikosti částic je klíčem pro umožnění vyrábět amonium glyfosat z procesu v řídké suspenzi účinně a ekonomicky ve formě vhodné pro další zpracování přes kroky (e) až (g) a volitelně (h).

V prvním kroku následného formulačního procesu, tj. kroku (e) způsobu podle vynálezu, prášek amonium glyfosatu vytvořený kroky (a) až (d) je smíchán v množství asi 75 až asi 85 hmotn. dílů s asi 15 až asi 25 hmotn. díly jedné nebo více povrchově aktivních látek, a s asi 3 až asi 10 hmotn. díly vody na 100 hmotn. dílů složek jiných než voda, za tvorby extrudovatelné vlhké směsi s hmotnostním poměrem celkové povrchově aktivní látky ku amonium glyfosatu asi 1:9 až asi 1:3. Povrchově aktivní látka typicky pomáhá upravit masu za tvorby extrudovatelné vlhké směsi; nicméně hlavní funkcí povrchově aktivní látky je zvyšovat herbicidní účinnost konečného produktu. Povrchově aktivní složka se může skládat z jednoho typu povrchově aktivní látky nebo může obsahovat dvě nebo více povrchově aktivních látek. Kde jsou použity dvě nebo více povrchově aktivních látek, mohou být přidány jednotlivě k amonium glyfosatu nebo mohou být nejprve smíchány dohromady a pak přidány do směsi. Jiné látky, zahrnující vodu a/nebo glykoly, mohou být volitelně přimíchány k povrchově aktivní látce nebo látkám před přidáním k amonium glyfosatu.

Může být použita jakákoli třída povrchově aktivních látek; nicméně je obecně výhodné, že nejméně jedna povrchově aktivní látka přidaná v kroku (b) je kationtová nebo amfoterní. Výjimkou je třída povrchově aktivních látek známá jako alkyl polyglykosidy (APG), které jsou neionogenní, ale které patří také mezi výhodné povrchově aktivní látky pro použití v tomto vynálezu. Mezi ilustrativními třídami kationtových nebo amfoterních povrchově aktivních látek použitelných ve vynálezu jsou alkylaminy, alkylamoniové soli, alkylaminoxidy, alkylbetainy, alkyletheraminy, alkyletheramoniové soli a alkyletheraminoxidy. Zejména jsou výhodné polyoxyethylenové deriváty takových kationtových nebo amfoterních povrchově aktivních látek. Termín "alkyl" je používán v této souvislosti pro označení jednoho nebo více lineárních nebo rozvětvených, nasycených nebo nenasycených uhlovodíkových řetězců s asi 8 až asi 22 uhlíkovým atomy.

Toto mísení může být provedeno v jakékoli vhodné nádobě jako například hnětači. Jestliže má být zahrnuta více než jedna povrchově aktivní látka, mohou být povrchově aktivní látky smíchány předem. Povrchově aktivní látka nebo povrchově aktivní směs je s výhodou přidávána v kapalném stavu; i v případě kapalně povrchově aktivní látky je obecně užitečné zahřát povrchově aktivní látku pro její přivedení do snadno tekutého stavu před jejím přidáním k amonium glyfosatu. Pevné povrchově aktivní látky mohou být přidány v pevném stavu nebo eventuálně mohou být zahřáty na teplotu nad jejich bodem tání a přidány v kapalném stavu. Výhodné povrchově aktivní látky jsou ty, které jsou samostatně kapalně nebo v tekutém stavu, za nepřítomnosti vody nebo jiného rozpouštědla, při 25 °C.

Množství vody přidané v kroku (e) je důležité. Existuje optimální rozmezí pro přidané množství vody, které se mění v závislosti na absorpčních a/nebo adsorpčních charakteristikách prášku amonium glyfosatu. Pro prášek s velmi výhodnými absorpčními a/nebo adsorpčními charakteristikami, může být optimální rozmezí široké asi od 3 do 10 hmotn. dílů vody na 100 hmotn. dílů složek jiných než voda. Nad tímto optimálním rozmezím má výsledná vlhká směs tendenci stát se lepivou, s tím výsledkem, že při protlačování extrudátu nebo granulí z něho tvořené mají tendenci se shlukovat. Pod optimálním rozmezím má směs tendenci být obtížně extrudovatelnou a extrudát nebo granule z něho tvořené mají tendenci být nadměrně drolivé.

Jestliže má prášek méně příznivé absorpční a/nebo adsorpční charakteristiky, optimální rozmezí pro množství přidané vody je typicky užší; zejména horní mez optimálního rozmezí je nižší. Jestliže je prášek nesnášenlivý k jakémukoli množství vody více než asi 5 hmotnostních dílů na 100 hmotnostních dílů složek jiných než voda, je obecně nevhodné pro následnou formulaci extruzním granulačním procesem zde popsaným.

V kroku (e), pokračuje míchání, dokud není získána homogenní vlhká směs, výhodně s těstovitou konzistencí. Mohou být přidány složky jiné než výše uvedené, jestliže je to žádoucí během kroku míchání.

Následující krok, tj. krok (f) způsobu podle vynálezu definovaný výše, je granulační krok, který zahrnuje protlačování vlhké směsi za tvorby provazců extrudátu, která se lámou za tvorby vlhkých soudržných granulí. Protlačování je s výhodou prováděno za použití nízkotlakého radiálního extrudéru nebo extrudéru s dvojitou hlavicí (twin-dome). Vlhká směs je protlačována skrz síta s otvory s výhodou o průměru asi 0,5 až asi 2 mm, výhodněji asi 0,6 až asi 1,2 mm. Extrudát vycházející ze sít nejprve tvoří prodloužené provazce, které mají tendenci samovolně se lámat za tvorby krátkých válcovitých granulí. Jestliže se provazce nelámou snadno, může být nezbytné přidat řezací zařízení u čela extrudéru; nicméně jestliže má prášek amonium glyfosatu

žádoucí absorpční a/nebo adsorpční vlastnosti a množství přidané vody je v optimálním rozmezí popsaném výše, proces řezání obvykle není nezbytný.

Bezprostředně po protlačování jsou granule vlhké a soudržné, ale nejsou lepkavé a neshlukují se. V tomto bodě mohou být granule, pokud je to žádoucí, podrobeny válcování nebo zpracování v bubnu, například v bubnu nebo sferonizéru, čímž je jim udělen více zaokrouhlený tvar a jsou učiněny jednotnější ve velikosti.

Následující krok, tj. krok (g) způsobu podle vynálezu definovaný výše, zahrnuje sušení granulí. Může být použita jakákoli známá metoda sušení, ale výhodná metoda je fluidní sušení. Granule jsou s výhodou sušeny do obsahu vlhkosti pod asi 1 hmotn.%, výhodněji pod asi 0,5 hmotn.%.

V tomto bodě mohou být granule baleny, ale je obecně výhodné třídit granule, například prosíváním, pro uchování jen těch, které jsou v požadovaném rozmezí velikostí. Toto je volitelný krok (h) způsobu podle vynálezu definovaného výše. Ilustrativní rozmezí velikosti pro uchování je větší než asi 0,6 mm a menší než asi 5 mm. Granule nadměrné a podměrné velikosti nebo jejich úlomky nebo jejich shluky mohou být recyklovány jejich přidáním k vlhké směsi před extrudací.

Stručný popis obrázku na výkresu

Obr. 1 ukazuje schéma technologického způsobu podle vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Následující příklady jsou poskytnuty pouze pro účely názornosti a nejsou míněny jako omezující rozsah vynálezu. Příklady umožní lepší pochopení vynálezu a vnímání jeho výhod a jistých odchylek provedení.

Příklad 1

V programu hodnocení metod sušení pro koncentrovaný roztok amonium glyfosatu, jaký je vyráběn reakcí kyseliny glyfosatové s vodným nebo bezvodým amoniakem v řídké suspenzi, byly testovány následující systémy a zařízení:

A. Mžikové sušení v PulvacronTM PC-20 vzduchovém třídícím mlýnu (Hosokawa Bepex Corp., Minneapolis, MN).

B. Sušení rozprašováním v sušárně s rozprašováním UnisonTM (Hosokawa Bepex Corp., Minneapolis, MN).

C. Sušení rozprašováním v sušárně s rozprašováním (APV Anhydro, Kodaň, Dánsko).

D. Sušení rozprašováním ve fluidní sušárně s rozprašováním (APV Anhydro, Kodaň, Dánsko).

E. Kontaktní sušení 600 mm x 600 mm BuflovakTM atmosférou sušárnou s dvojitým bubnem (Blaw Knox Corp., Buffalo, NY).

A. Mžikové sušení

Pro simulaci reakčního produktu řidké suspenze kyseliny glyfosatové s amoniakem, byl připraven roztok 56 hmotn.% amonium glyfosatu rozpouštěním suchého amonium glyfosatu, technické čistoty (MON 8750 od firmy Monsanto) ve vodě. Pro zajištění rozptýlení nerozpuštěných pevných částic, byly bubny obsahující roztok amonium glyfosatu míchány na bubnovém válci po asi 90 minut před testy mžikového sušení.

Kapalný roztok amonium glyfosatu byl přiváděn na PulvocronTM PC-20 Moynovou pumpou při rychlostech přívodu v rozmezí od 63,5 do 204 kg/h v jednotlivých testech. V Pulvocronu se kapalina setkávala se vzduchem vyhřátým na teplotu v rozmezí od 89 °C do 268 °C při rychlosti toku vzduchu v rozmezí od 23 do 36 m³/minutu v jednotlivých testech. Drtící kotouče v Pulvocronu vrhaly tekutinu proti členěnému lineru, zatímco byl z vody odvětrán horký vzduch. V jednotlivých testech byly instalovány různé kombinace drtících kotoučů.

Ve všech testech, docházelo k nánosům sušeného pevného materiálu na stěnách a drtících kotoučích Pulvocronu, eventuálně s ucpáváním systému, což bránilo uvolňování suchého produktu. Nebylo zaznamenáno žádné zlepšení, ani při odstranění vzduchového třídiče z Pulvocronu ve snaze zlepšit uvolňování. Zpětné smíchání již vysušeného materiálu s tekutým přívodem také nepomáhalo.

B. Sušení rozprašováním v sušárně Unison

V dřívějších testech s běžnými rozprašovacími sušárnami vybavenými odstředivými rozprašovači byla tekutina stříkána směrem ke stěnám komory rozprašovací sušárny, kde se shromažďoval sušený materiál, který nebyl odváděn. Naproti tomu, rozprašovací sušárna UnisonTM používá impulsový spalovací systém poskytující zvukovou vlnu, která rozprašuje přiváděný tekutý materiál. Toto rozprašování má za následek jemnější propouštění přiváděného tekutého materiálu do komory, s nižší tendencí pro kontakt stěnami a tudíž i adhezi sušeného materiálu na stěny.

Testovaná sušárna měla rozprašovací sušící komoru s horním válcovým úsekem o průměru 1,8 m a výšce 4,3 m a spodní 70° kuželovým oddílem o výšce 2,1 m. Zahříváný vzduch a tekutý

přívod byly zaváděny na vrchol komory a vzduch a sušený produkt byly vytlačovány skrz rouru o průměru 300 mm na dně. Sušený produkt byl přiváděn na odlučovací cyklón a shromažďován ve sběrné komoře.

Jako přiváděné tekutiny pro testování tohoto systému byly připraveny roztoky amonium glyfosatu rozpouštěním MON 8750 ve vodě jako při testu fluidního sušení uvedeném výše. Pro jeden test byl připraven roztok amonium glyfosatu 50 hmotn.%, zatímco pro další testy byly používány vodné suspenze amonium glyfosatu nad jeho mezí rozpustnosti. Tyto řídké suspenze obsahovaly celkově 60 % nebo 70 % "pevných látek", tj. včetně rozpuštěného amonium glyfosatu.

Přiváděná tekutina byla předem zahřata v jednotlivých testech na 32 °C, 66 °C a 74 °C. Teplota vzduchu byla asi 255 °C. Rychlost přívodu byla nastavena na 182 kg/h. Bylo zjištěno, že 70 % řídká suspenze amonium glyfosatu byla příliš viskózní pro účinné přivádění, zatímco 50 % roztok amonium glyfosatu, pokud byl používán jako přívod, měl za následek rychlé vytvoření těžko odstranitelného sklovitého materiálu na stěnách komory. Má se za to, že nepřítomnost pevných částic v přívodu inhibovala rychlou krystalizaci amonium glyfosatu, což mělo za následek sklovitý povlak.

Naopak, 60% řídká suspenze amonium glyfosatu předem zahřátá na 32 °C nebo 66 °C dávala účinné sušení rozprašováním. Výťažky byly 90 % a 77 %, v uvedeném pořadí. Byl pozorováno usazení bílého práškového materiálu na stěnách, zvláště ve spodním kuželovém oddílu v blízkosti výsypného otvoru, bylo to však zanedbatelné, než aby to nepříznivě ovlivnilo působení sušení rozprašováním. Obsah vlhkosti práškovitého produktu se pohyboval v rozmezí od 1,4 % do 1,7 hmotn.%.

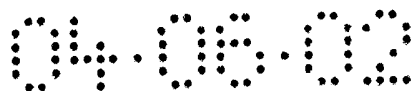
V opakovacím testu za použití 60 % řídké suspenze při 66 °C se výsypný otvor ucpal sypkým a drolivým materiálem a systém se zastavil po 40 minutách.

C. Sušení rozprašováním v rozprašovací sušárně APV

Rozprašovací sušárna testovaná v APV měla odstředivý rozprašovač a zabudovanou vzduchovou metlu pro chlazení a očišťování stěn a dna rozprašovací sušící komory. Komora byla válcovitá, 3,0 m v průměru a 3,0 m na výšku, s plochým dnem. Tekutý přívod a vzduch byly přiváděny na vrchu a sušený produkt byl vyváděn na dně. Produkt byl přiváděn na odlučovací cyklón a shromažďován ve sběrné komoře.

Přiváděný tekutým materiálem pro všechny testy APV rozprašovací sušárny byla řídká suspenze 60 % amonium glyfosatu, připravená přesně jako v příkladu 2 výše.

Bez ohledu na rychlost přívodu, teplotu vzduchu a proudění vzduchu k vzduchové metle,



nedocházelo k výstupu produktu sušeného v APV rozprašovací sušárně. To vedlo k závěru, že toto zařízení není vhodné pro sušení amonium glyfosatu.

D. Sušení rozprašováním v rozprašovací sušárně APV s fluidním ložem

Sušárna použitá po tyto testy měla rozprašovací sušící komoru s horním válcovým oddílem o průměru 1,5 m a výšce 1,5 m a spodním kuželovým oddílem o výšce 0,9 m, s odvodem na fluidní lože bezprostředně pod ním. Výstup z fluidního lože byl ze dna přes otočný vzduchový uzávěr. Materiál byl přiváděn z fluidního lože na odlučovací cyklón, z něhož byly jemné částice recyklovány do kuželového oddílu sušící komory.

Byla používána stejná řídká suspenze 60 % amonium glyfosatu jako v předchozích příkladech. Teplota přívodu vzduchu v rozprašovací sušící komoře byla 215 °C a ve fluidním loži 100 °C. Asi 30 kg prášku amonium glyfosatu bylo přidáno na fluidní lože pro iniciaci systému. Nedocházelo k výstupu sušeného produktu z rozprašovací sušící komory na fluidní lože z důvodu hromadění a uváznutí v kuželovém oddílu komory. Má se za to, že konstrukční modifikace by mohly tento problém zmírnit; nicméně, ze všech provedených testů byl učiněn závěr, že sušení rozprašováním nebylo nejvhodnější metodou převedení roztoku nebo řídké suspenze amonium glyfosatu na suchý prášek v průmyslovém měřítku.

E. Bubnové sušení

E-1: Test proveditelnosti

Před pokusem o sušení amonium glyfosatu v atmosférické sušárně s dvojitým bubnem 600 mm x 600 mm BuflovakTM, byla studie proveditelnosti prováděna za použití 150 mm x 150 mm laboratorního modelu. Rozměry (tj. 150 mm x 150 mm) se vztahují k průměru a délce každého bubnu. 150 mm x 150 mm laboratorní model má celkovou plochu povrchu bubnu asi 0,145 m², což představuje asi 6,3 % plochy povrchu modelu 600 mm x 600 mm, tj. asi 2,31 m².

Pro studium proveditelnosti byl připraven roztok amonium glyfosatu 49 hmotn.% rozpuštěním MON 8750 ve vodě. Pokud byl přiveden do bubnové sušárny při teplotě 50 °C, byl roztok úspěšně usušen na vločky s obsahem vlhkosti 1,2 %. Byla vypočtena rychlost produkce 10 kg/m²/h.

E-2: První sada testů se zvětšením měřítka

Pro tuto sadu testů byla připravena řídká suspenze amonium glyfosatu 59-60 % podle hmotnosti rozpuštěním MON 8750 ve vodě. Asi 2 až 5 % amonium glyfosatu zůstalo nerozpuštěno. Řídká suspenze byla přiváděna do 600 mm x 600 mm sušárny s dvojitým bubnem

při teplotě 74 °C za užití kyvadlového přívodního systému. Oba bubny byly vnitřně vyhřívány za užití přehřáté páry, na počátku při tlaku 656 kPa, a otáčely se na počátku při 3 ot./min. V průběhu asi 10-15 minut, byly tvořeny vločky suchého amonium glyfosatu dobrého vzhledu s obsahem vlhkosti 1,1 % při rychlosti výroby 28,5 kg/m²/h.

Data pro tento a jiné běhy, každý asi 10 až 15 minut, kde byly měněny různé parametry, jsou ukázány v tabulce níže.

Běh č.	1	2	3	4	5
% amonium glyfosatu v přívodu	59	59	59	60	51 ¹
teplota přívodu, °C	74	69	64	88 ²	56
tlak páry, kPa	656	676	676	869	856
rychlost otáčení bubnů, ot./min	3,0	4,5	6,0	5,0	3,5
bubnová proluka na styčné lince, mm	4,6	4,3	4,3	4,4	4,6
výrobnost, kg/m ² /h	28,5	43,6	35,4	42,4	30,1
% obsahu vlhkosti produktu	1,1	0,6	0,9	0,7 ³	0,7

¹při této snížené koncentraci amonium glyfosatu byl přívodem čirý roztok

²při této zvýšené teplotě byl přívodem čirý roztok

³průměr ze tří vzorků v rozmezí od 0,5 % do 0,9 % obsahu vlhkosti

Jako optimální podmínky v této testovací řadě se jeví být s 59 až 60 % řídkou suspenzí amonium glyfosatu a rychlosti otáčení bubnů asi 4,5 až 5 ot./min. Byl tudíž učiněn delší výrobní běh trvající asi 60 minut za užití 60 % řídké suspenze při teplotě přívodu 66 °C, tlaku páry 662 kPa a rychlosti otáčení 4,5 ot./min. Bubnová proluka na styčné lince byla mírně zúžena na 3,0 mm. Tento běh byl velmi úspěšný, poskytoval produkt s průměrným obsahem vlhkosti asi 0,8 % při výrobnosti 39,5 kg/m²/h.

E-3: Druhá sada testů se zvětšením měřítka

Přívod amonium glyfosatu pro tuto řadu testů byl vyráběn přípravou vodné řídké suspenze vlhkého kusu glyfosatu a stechiometrickým zneutralizováním vodným amoniakem za vytvoření 58 % podle hmotnosti roztoku nebo řídké suspenze amonium glyfosatu. Pro některé testy byl tento přívod mírně zředěn vodou.

Testovací běhy byly prováděny za použití bubnové sušárny 600 mm × 600 mm jako v předchozí sadě. Data jsou uvedena v tabulce níže.

Běh č.	1	2	3	4	5	6	7	8
trvání běhu, minuty	15	60	292	15	60	60	175	53
% amonium glyfosatu v přívodu	58	58	58	54	54	54	56	56

teplota přívodu, °C	96	96	84	63	63	63	82	83
tlak páry, kPa	662	718	745	759	704	718	828	828
rychlost otáčení bubnů, ot./min.	4,3	4,5	4,5	4,3	4,3	4,0	4,0	3,0
bubnová proluka na styčné lince, mm	3,3	4,3	4,0	3,3	3,0	3,0	3,0	7,3
výrobnost, kg/m ² /h	34,0	38,6	38,8	32,6	31,9	30,5	35,4	43,2
% obsah vlhkosti produktu	1,8	1,2	1,4	1,6	1,4	1,4	0,9	2,0

E-4: Třetí sada testů se zvětšením měřítka

Přívod amonium glyfosatu pro tuto řadu testů byl vyráběn jako pro příklad 7, ale při nižší koncentraci a při třech úrovních neutralizace: stechiometrické (tj. 100 % neutralizace amoniakem), 102 % a 104 %.

Testovací běhy byly prováděny za použití bubnové sušárny 600 mm × 600 mm jako v předchozích sadách. Data jsou uvedena v tabulkách níže (n.z. = nezaznamenáno).

Běh č.	1	2	3	4	5	6	7
trvání běhu, minuty	30	20	15	15	15	15	20
% amonium glyfosatu v přívodu	45	45	45	45	45	45	45
míra neutralizace, %	100	100	100	102	102	102	102
teplota přívodu, °C	82	83	82	97	n.z.	84	81
tlak páry, kPa	518	690	814	414	518	690	828
rychlost otáčení bubnů, ot./min.	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
bubnová proluka na styčné lince, mm	2,7	5,2	6,7	3,0	3,0	3,3	3,6
výrobnost, kg/m ² /h	31,6	47,7	52,1	23,6	37,7	38,5	42,0
% obsah vlhkosti produktu	2,1	1,8	1,3	3,4	2,0	1,2	1,0

Běh č.	8	9	10	11	12	13	14	15
trvání běhu, minuty	10	10	10	10	10	20	70	78
% amonium glyfosatu v přívodu	45	45	45	45	45	45	45	45
míra neutralizace, %	104	104	104	104	104	104	104	102
teplota přívodu, °C	80	89	88	86	86	80	83	82
tlak páry, kPa	414	414	518	690	807	821	690	690
rychlost otáčení bubnů, ot./min.	3,0	5,0	5,0	5,0	5,0	3,0	5,0	5,0
bubnová proluka na styčné lince, mm	3,3	3,3	3,6	3,3	5,2	5,5	3,3	3,3
výrobnost, kg/m ² /h	19,5	26,5	34,2	33,6	30,1	35,7	34,0	37,8
% obsah vlhkosti produktu	2,0	2,3	1,4	0,9	0,9	0,5	1,4	1,1

E-5: Čtvrtá sada testů se zvětšením měřítka

Přívod amonium glyfosatu pro tuto řadu testů byl vyráběn přípravou vodné řídké suspenze vlhkého kusu glyfosatu a stechiometrickým zneutralizováním vodným amoniakem za vytvoření roztoků nebo řídkých kaší amonium glyfosatu při různých koncentracích.

Testovací běhy byly prováděny za užití bubnové sušárny 600 mm × 600 mm jako v předchozích sadách. Data jsou uvedena v tabulce níže (n.z. = nezaznamenáno).

Běh č.	1	2	3	4	5	6
trvání běhu, minuty	104	99	140	134	140	129
% amonium glyfosatu v přívodu	53	n.z.	47	59-64	57	59
teplota přívodu, °C	77	82	74	81	79	79
tlak páry, kPa	814	821	814	828	828	828
rychlost otáčení bubnů, ot./min.	4,0	5,0	4,0	4,0	4,0	4,0
bubnová proluka na styčné lince, mm	4,9	5,5	5,5	5,5	4,6-7,0	5,5
výrobnost, kg/m ² /h	47,7	54,8	45,4	45,7	46,2	52,1
% obsah vlhkosti produktu	1,6	1,3	1,5	1,2	1,6	1,2

Z testů popsaných v příkladu 1 zde, je jasné, že bubnové sušení je přijatelná metoda sušení pro roztok koncentrovaného amonium glyfosatu připraveného reakcí kyseliny glyfosatové a amoniaku ve vodné řídké suspenzi. Další optimalizace způsobu bubnového sušení může být snadno provedena odborníkem v oblasti techniky rutinním testováním.

Bylo zjištěno, že ani bezprostřední produkt kroku sušení rozprašováním, ani tento produkt kroku bubnového sušení není okamžitě vhodný pro následné zpracování extruzní granulací pro výrobu suché formulace obsahující povrchově aktivní látku. Generovaný dělený amonium glyfosat, ať už sušením rozprašováním nebo kontaktním sušením na vyhřívaném povrchu, obecně postrádá absorpční a/nebo adsorpční vlastnosti nezbytné pro takové následné zpracování končící granulovaným produktem požadované kvality. Jinými slovy, postup přímo od kroku (c) po krok (e), jak jsou definovány výše, není vhodný pro poskytnutí uspokojivých výsledky. Krok (d), krok zmenšení velikosti, je podstatný pro způsob podle vynálezu.

Příklad 2

Program vyhodnocení metod zmenšení velikosti pro krok (d) byl prováděn, jak je uvedeno níže. Za prvé byl vyvinut testovací postup pro vyhodnocení vhodnosti produktů různých metod zmenšení rozměru pro následnou formulaci s povrchově aktivní látkou cestou procesu extruzní granulace. Postup používal následující zařízení laboratorního měřítka:

- hnětač Fuji Paudal KDHJ-60
- extrudér Fuji Paudal EXDCS-60
- fluidní sušárna Aeromatics STREA

Postup byl přizpůsoben pro dvě formulace. Formulace A má následující složení na 100% suchém základě:

amonium glyfosat (MON 8750)	80 %
polyoxyethylen (20) tallowamin	20 %

zatímco formulace B má následující složení na 100 % suchém základě:

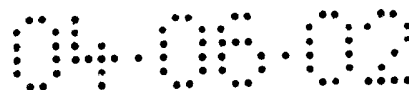
amonium glyfosat (MON 8750)	75 %
polyoxyethylen (15) N-methylstearylamoniumchlorid	10 %
polyoxyethylen (10) dodecylfenol	10 %
polyethylenglykol, průměrná M_r 8000	5 %

Princip tohoto postupu je, že vzorek amonium glyfosatu ve formě částic s vlastnostmi příznivými pro extruzní granulaci s povrchově aktivní látkou připouští přidavek většího množství vody k extruzní vlhké směsi bez vyvolání toho, že by se extrudát stal nadměrně lepivým, ve srovnání se vzorkem s nevýhodnými vlastnostmi. Vzorek, který připouští přidavek, například 10 hmotn. dílů vody na 100 hmotn. dílů složek jiných než voda (množství odkazované zde jako "10 % voda"), je mnohem vhodnější pro extruzní granulaci než ten, který umožňuje pouze 5 hmotn. dílů vody na 100 hmotn. dílů složek jiných než voda ("5 % voda").

Způsob pro formulaci A byl následující:

1. Amonium glyfosat ve formě částic, 16 kg, byl přidán do hnětače.
2. Vodní plášť hnětače byl přiveden na teplotu 75 °C cirkulací horké vody v plášti.
3. Povrchově aktivní látka polyoxyethylen (20) tallowamin, 4 kg, byla zahřáta na 60 až 80 °C v mikrovlnné troubě.
4. Hnětač byl zapnut a zahřátá povrchově aktivní látka byla pomalu (v intervalu 30 až 60 sekund) nalévána na dělený amonium glyfosat.
5. Vlažná voda, 1 litr (5 %), byla pomalu přilévána ke směsi amonium glyfosatu a povrchově aktivní látky.
6. Hnětač působil dalších 10 minut, udržující teplotu pláště na 75 °C, za tvorby těstovité vlhké směsi.
7. Vlhká směs byla odvedena z hnětače a přiváděna do extrudéru nastaveného na běh při rychlosti "0,5" a s 1 mm sítím namontovaným ve vytlačovací hlavě.

8. Malé množství vlhké směsi bylo protlačováno pro zavedení ustáleného stavu a extrudát takto tvořený byl vrácen do hnětače.
 9. Bylo protlačováno asi 1 až 2 kg vlhké směsi.
 10. Vzhled extrudátu byl zaznamenán. Zejména jakákoli tendence provazců extrudátu samovolně se lámat na části (žádoucí vlastnost), což je v opaku k zůstávání jako dlouhé "vláknité" nudle, byla zaznamenávána, jako byla jakákoli tendence provazců slepovat se dohromady nebo shlukovat se za tvorby hrudek, které není snadné rozdělit (nežádoucí vlastnost).
 11. Extrudát byl převeden do fluidní sušárny a sušen při 70 °C po 20 minut.
 12. Výsledné granule byly prosívány pro odstranění nadměrného (asi 5 mm) a podměrného (asi 0,6 mm) materiálu. Bylo provedeno hmatové hodnocení granulí pro určení, jestli jsou granule pevné a soudržné (žádoucí), lehké a drolivé (nežádoucí) nebo lepivé nebo vlhké na dotek v důsledku přítomnosti neabsorbované a/nebo neadsorbované povrchově aktivní látky (nežádoucí).
 13. Výše uvedený postup byl opakován, vyjma toho, že množství přidané vody bylo zvyšováno po 0,2 litru (1 %) pro každé opakování, až po maximum 2 litrů (10 %).
 14. Jestliže docházelo k přijatelné extruzní granulaci, jak bylo určeno podle vzhledu vlhkého extrudátu a sušeného granulátu, na jakékoli úrovni přídavku vody od 5 % do 10 %, vlastnosti amonium glyfosatu byly považovány za vhodné pro následné zpracování pro výrobu formulace A. Jestliže nedocházelo k přijatelné extruzní granulaci na jakékoli úrovni přídavku vody od 5 % do 10 %, vlastnosti amonium glyfosatu byly považovány za nevhodné. Pro formulaci B byl postup podobný, s výjimkou kroků 1 až 6, které byly následující.
1. Amonium glyfosat ve formě částic, 15 kg, byl přidán do hnětače.
 2. Vodní plášť hnětače byl udržován při teplotě prostředí.
 3. Směs 2 kg polyoxyetylen (15) N-methylstearylamoniumchloridového detergentu (EthoquadTM 18/25 od Akzo), 2 kg polyoxyetylen (10) dodecylfenolu (RexolTM 65/10 od Huntsman) a 1 kg polyethylenglykolu, průměrná molekulová hmotnost 8000, byla zahřívána na 55 až 65 °C v mikrovlnné troubě. Směs byla míchána pro zajištění mísení složek.
 4. Hnětač byl spuštěn a zahřátá směs byla pomalu (v intervalu 30 až 60 sekund) nalévána na dělený amonium glyfosat.
 5. Vlažná voda, 1 litr (5 %), byla pomalu nalita do směsi amonium glyfosatu a detergentu.



6. Hnětač dále pracoval po dalších 5 minut, za udržování pláště při teplotě prostředí, za tvorby těstovité vlhké směsi.

V programu hodnocení metod snížení rozměru následujícímu bubnové sušení amonium glyfosatu tvořeného reakcí kyseliny glyfosatové s vodným nebo bezvodým amoniakem v řídké suspenzi byly testovány následující systémy a zařízení:

- A. Mletí ve vzduchovém třídícím mlýnu Mikro-ACMTM Pulverizer Model 10 (Micron Powder Systems, Summit, NJ).
- B. Mletí ve vzduchovém třídícím mlýnu PowderizerTM NSP 2 s a bez před-drcením za použití kolíkového mlýnu SimpactorTM (Sturtevant, Boston, MA)
- C. Mletí ve vzduchovém třídícím mlýnu Strong-Scott PulvocronTM PC-20 (Hosokawa Bepex Corp., Minneapolis, MN) s a bez před-drcení za použití kladivového mlýnu CommanderTM Model 2400 (Jacobson Inc., Minneapolis, MN).
- D. Mletí ve vzduchovém třídícím mlýnu Schutz-O'Neill Model 22H následující před-drcení za použití kladivového mlýnu CommanderTM (Jacobson Inc., Minneapolis, MN).
- E. Mletí ve vzduchovém třídícím mlýnu PremaTM Model CLM35 (Prater Industries, Chicago, IL).
- F. Mletí v RotormillTM Model 3000 (International Process Equipment Co., Pennsauken, NJ).
- G. Mletí v proudovém mlýnu MicronizerTM s a bez před-drcení v kolíkovém mlýnu SimpactorTM (Sturtevant, Boston, MA).

V každém případě, kde bylo úspěšně působeno zařízením pro snížení rozměru za poskytnutí jemného produktu amonium glyfosatu ve formě částic, byl produkt charakterizován svou vhodností pro následné zpracování za tvorby formulace A a/nebo formulace B postupy popsány v příkladě 2 výše. Produkty byly také charakterizovány měřením průměrné velikosti částic, na analyzátoru velikosti částic BrinkmanTM Model 2010 nebo CoulterTM Ls 130 s Micro-Volume modulem, za použití 2-propanolu jako dispergujícího média. Produkty byly dále analyzovány měřením specifické plochy povrchu na analyzátoru DigisorbTM 2500 B.E.T. za použití kryptonu jako adsorbujícího plynu.

A. Vzduchový třídící mlýn Mikro-ACMTM

Mikro-ATMTM Model 10 Pulverizer od firmy Micron Powder Systems je vzduchový třídící mlýn s rotorem tyčového typu s integrálně upevněným odděleně řízeným třídícím kotoučem. Pro tyto testy bylo zařízení vybaveno buď čtyřtyčovým kladivovým rotorem, nebo kolíkovým

rotozem. Třídící kotouč byl buď separátor typu 24 s dlouhou čepelí, nebo separátor typu 24 s 30° sklonem. Liner uvnitř mlýnu byl buď mnohoochylkový typ, nebo hladký keramický typ. Přívodem do mlýnu byl bubnově sušený amonium glyfosat ve formě 2-5 cm vloček s obsahem vlhkosti 1 hmotn.%i a objemovou hustotou 323 kg/m³.

V sérii o deseti bězích byla měněna řada parametrů včetně typu rotoru, rychlosti rotoru (3500 nebo 7000 ot./min), typu lineru, typu kotouče třídíče, rychlosti otáčení kotouče třídíče (700 až 3500 ot./min), tok vzduchu (11,2 až 19,6 m³/min), rychlosti přívodu (23 až 305 kg/h) a teploty přívodu (okolní, tj. 21 až 24 °C nebo chlazený na 14 °C). Významný nános produktu byl pozorován uvnitř tohoto mlýnu při všech bězích za užití více výchylkového lineru. Nicméně ve dvou z těchto běhů bylo získáno dostatečné množství prášku pro charakterizaci. Zanesení bylo zabráněno, když byl nainstalován hladký keramický liner a byla snížena rychlost rotoru. Data jsou uvedena v tabulkách níže (n.t. = nebylo testováno).

běh č.	1	2	3	4	5
trvání běhu, minuty	117	15	9	7	16
typ rotoru	kladivový	kladivový	kladivový	kolíkový	kolíkový
rychlost rotoru, ot./min	7000	7000	7000	7000	7000
typ lineru ¹	md	md	md	md	md
typ kotouče třídíče ²	skloněný	skloněný	dlouhý	dlouhý	dlouhý
rychlost kotouče třídíče, ot./min	3500	3500	3500	3500	3500
tok vzduchu, m ³ /min	11,2	19,6	19,6	19,6	19,6
rychlost přívodu, kg/h	23	88	63	109	155
teplota přívodu, °C	24	24	24	21	21
nepřijatelné zanesení?	ano	ano	ano	ano	ano
<u>charakterizace produktu:</u>					
rozměr částic ³ , μm	8,6	n.t.	n.t.	n.t.	16,3
specifická plocha povrchu, cm ² /g	1,80	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.
<u>vhodnost pro protlačování:</u>					
formulace A	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.
formulace B	výborná	n.t.	n.t.	n.t.	výborná

běh č.	6	7	8	9	10
trvání běhu, minuty	11	10	5	9	7
typ rotoru	kolíkový	kladivový	kladivový	kolíkový	kolíkový
rychlost rotoru, ot./min	7000	7000	7000	7000	3500
typ lineru ¹	md	md	md	md	keramický
typ kotouče třídiče ²	dlouhý	dlouhý	skloněný	dlouhý	dlouhý
rychlost kola třídiče, ot./min	700	700	3500	1500	3500
tok vzduchu, m ³ /min	19,6	19,6	19,6	19,6	19,6
rychlost přívodu, kg/h	258	305	89	293	117
teplota přívodu, °C	24	24	14	24	24
nepřijatelné zanesení?	ano	ano	ano	ano	ne
<u>charakterizace produktu:</u>					
rozměr částic ³ , μm	54,8	n.t.	n.t.	31,2	45,1
specifická plocha povrchu, cm ² /g	n.t.	n.t.	n.t.	0,70	n.t.
<u>vhodnost pro protlačování:</u>					
formulace A	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.
formulace B	ne dobrá	n.t.	n.t.	mezní	ne dobrá

¹md = více výchylkový typ

²dlouhý = typ 24 s dlouhou čepelí; skloněný = typ 24 čepel 30° skloněná

³Brinkman

Pouze při běhu č. 10, s instalací hladkého keramického lineru, skutečně vzduchový třídící mlýn Mikro-ACMTM pracoval přijatelně, ale průměrná velikost částic (45,1 μm) výsledného prášku byla v tom případě relativně velká a byla zjištěna jako nevhodná pro následnou formulaci v procesu protlačování. Z tohoto důvodu byl vzduchový třídící mlýn Mikro-ACMTM posouzen jako neuspokojivé zařízení pro krok snížení rozměru tohoto způsobu.

B. Vzduchový třídící mlýn PowderizerTM NSP 2

PowderizerTM NSP 2 firmy Sturtevant je vzduchový třídící mlýn podobný v mnoha ohledech Mikro-ACMTM, ale s rozdílnou vnitřní geometrií a typem toku vzduchu. Rotor je opatřen kladivy. SimpactorTM firmy Sturtevant je kolíkový mlýn s rotorem nesoucím jednu nebo dvě řady kolíků, které procházejí mezi stacionárními kolíky, když se rotor otáčí. Materiál, jež má

být drcen, je přiváděn v blízkosti osy rotoru a prochází mezi kolíky rotoru a stacionárními kolíky před tím, než je uvolněn na okraji. Kolíkový mlýn byl používán pro předběžné rozdrolování vloček amonium glyfosatu sušeného v bubnu před mletím ve vzduchovém třídícím mlýnu Powderizer™. Při některých bězích na přístroji Powderizer™, byl amonium glyfosat přiváděn přímo ve formě vloček, jako v Mikro-ACM™ testu uvedeném výše.

V sadě osmi běhů byla měněna řada parametrů zahrnující typ kotouče třídače (krátká síť nebo dlouhá síť), rychlost otáčení kotouče třídače (2000 až 3800 ot./min) a rychlost přívodu (126 až 554 kg/h). Rychlost rotoru byla udržována konstantní při 5150 ot./min. Významné nanášení produktu bylo pozorováno na kotouči třídače. Kde byl používán kolíkový mlýn Simpactor™ pro před-drcení, pracoval při 3600 ot./min s rychlostí přívodu 1452 kg/h. Data jsou předložena v tabulkách níže (n.t. = nebylo testováno).

běh č.	1	2 ¹	3	4
trvání běhu, minuty	4		15	9
typ kotouče třídače	krátká síť	dlouhá síť	dlouhá síť	dlouhá síť
rychlost kola třídače, ot./min	3800	3800	3800	3800
přívod před-drcen?	ne	ne	ne	ne
rychlost přívodu, kg/h	445		126	191
nepřijatelné zanesení?	ano		ano	ano
<u>charakterizace produktu:</u>				
rozměr částic ² , μm	15,8	n.t.	10,4	10,2
specifická plocha povrchu, cm ² /g	1,22	n.t.	1,72	1,62
<u>vhodnost pro protlačování:</u>				
formulace A	přijatelná	n.t.	n.t.	n.t.
formulace B	ne dobrá	n.t.	n.t.	n.t.

běh č.	5	6	7	8
trvání běhu, minuty	8	8	5	17
typ kotouče třídače	dlouhá síť	dlouhá síť	dlouhá síť	dlouhá síť
rychlost kotouče třídače, ot./min	3000	2000	2000	3800
přívod před-drcen?	ne	ne	ano	ano
rychlost přívodu, kg/h	259	451	554	152
nepřijatelné zanesení?	ano	ano	ano	ano
<u>charakterizace produktu:</u>				

rozměr částic ² , μm	12,1	18,3	16,8	10,5
specifická plocha povrchu, cm^2/g	1,28	1,01	1,10	1,38
<u>vhodnost pro protlačování:</u>				
formulace A	mezní	n.t.	mezní	mezní
formulace B	ne dobrá	n.t.	ne dobrá	ne dobrá

¹při tomto běhu motor vzduchového třídíče vyhořel a test byl přerušen

²Coulter

Významné zanášení nastávalo při všech bězích. Pouze v jednom běhu byl vyroben prášek, který byl vhodný pro následnou formulaci protlačováním, a pak pro formulaci A, avšak nikoli pro formulaci B. Průměrná velikost částic dosažená v bězích 5 a 8 byla menší než $15 \mu\text{m}$, přesto byla zjištěna vhodnost pro protlačování mezní pro formulaci A a nepřijatelná pro formulaci B. Vzduchový třídící mlýn PowderizerTM byl posouzen z těchto testů jako neuspokojivé zařízení pro krok snížení rozměru částic tohoto způsobu.

C. Vzduchový třídící mlýn PulvocronTM PC-20

PulvocronTM PC-20 firmy Strong-Scott je popsán jako "air-swept kladivový mlýn". Liší se od jiných testovaných vzduchových třídících mlýnů tím, že je uspořádán s horizontální osou rotace, stejně tak využívá rozdílný tvar rotoru, nebo kotouče mlýnu, a třídícího kotouče. Kotouč třídíče je nezávisle řízen. Poměr objemu toku vzduchu ku hmotnosti přívodu tuhé látky je vysoký: navíc tok vzduchu je velmi turbulentní a je pravděpodobné, že snížení rozměru srážkami částic nastává ve významném rozsahu stejně jako přímým dopadem částic na drtící kotouč. Pro účely vynálezu tudíž může být PulvocronTM považován za zařízení vytvářející turbulentní vysokorychlostní proud plynu, kde dochází k mezičásticovému tření.

CommanderTM Model 2400 firmy Jacobson je otáčivý kladivový mlýn, který byl používán pro před-drcení vloček v bubnu sušeného amonium glyfosatu před mletím ve vzduchovém třídícím mlýnu PulvocronTM.

V sadě dvanácti běhů na přístroji PulvocronTM byla měněna řada parametrů zahrnující rychlost rotace drtícího kotouče (5340-6970 ot./min), rychlost otáčení kotouče třídíče (2000-5500 ot./min), tok vzduchu ($26,2\text{--}29,4 \text{ m}^3/\text{minutu}$) a rychlost přívodu (235-874 kg/h). Při některých bězích byl v bubnu usušený amonium glyfosat přiváděn přímo ve formě vloček a při některých bězích byl používán jako přívod před-drcený amonium glyfosat. Data jsou předložena v tabulkách níže (n.t. = nebylo testováno).

běh č.	1	2	3	4
trvání běhu, minuty		4	3	3
rychlost drtícího kotouče, ot./min	7000	5340	6115	6115
rychlost kotouče třídiče, ot./min	5000	2000	2000	3500
tok vzduchu, m ³ /min	26,2	28,4	27,8	27,8
přívod předdrcen?	ne	ne	ne	ne
rychlost přívodu, kg/h	235	757	874	611
nepřijatelné zanesení?	ano ¹	ne	ne	ne
<u>charakterizace produktu:</u>				
rozměr částic ² , μm	n.t.	15,6	135	11,2
specifická plocha povrchu, cm ² /g	n.t.	1,47	1,17	1,34
<u>vhodnost pro protlačování:</u>				
formulace A	n.t.	přijatelná	mezní	n.t.
formulace B	n.t.	přijatelná	ne dobrá	přijatelná

běh č.	5	6	7	8
trvání běhu, minuty			25	22
rychlost drtícího kotouče, ot./min	6915	6100	5300	5300
rychlost kotouče třídiče, ot./min	4000	3500	2000	2000
tok vzduchu, m ³ /min	29,4	28,1	28,5	28,2
přívod předdrcen?	ano	ano	ano	ne
rychlost přívodu, kg/h		247	272	263
nepřijatelné zanesení?	ano ¹	ano	ne	ne
<u>charakterizace produktu:</u>				
rozměr částic ² , μm	n.t.	7,9	8,4	8,2
specifická plocha povrchu, cm ² /g	n.t.	2,10	2,31	1,85
<u>vhodnost pro protlačování:</u>				
formulace A	n.t.	přijatelná	přijatelná	přijatelná
formulace B	n.t.	mezní	ne dobrá	ne dobrá

běh č.	9	10	11	12
trvání běhu, minuty	18	15	15	30
rychlost drtícího kotouče, ot./min	5300	6100	5300	5300
rychlost kotouče třídiče, ot./min	2066	4060	5400	5500
tok vzduchu, m ³ /min	28,2	28,2	28,2	27,4
přívod předdrcen?	ne	ne	ne	ano
rychlost přívodu, kg/h	263	278	263	310
nepřijatelné zanesení?	ne	ne	ne	ne
<u>charakterizace produktu:</u>				
rozměr částic ² , μm	8,8	9,5	8,7	9,1
specifická plocha povrchu, cm ² /g	1,91	1,81	2,07	2,14
<u>vhodnost pro protlačování:</u>				
formulace A	přijatelná	mezí	přijatelná	mezí
formulace B	ne dobrá	n.t.	ne dobrá	n.t.

¹ produkt roztaven v mlýnu

²Coulter

Byly stanoveny provozní podmínky pro PulvocronTM, které by končily účinnou výrobou prášku amonium glyfosatu s průměrnou velikostí částic menší než 15 μm. Nicméně přes malou velikost částic produkt nebyl shledán jako vhodný pro následné extruzní zpracování za tvorby formulace B, ačkoli produkt většiny běhů byl přijatelný pro výrobu formulace A.

D. Vzduchový třídící mlýn Schutz-O'Neill Model 22H

Vzduchový třídící mlýn Schutz-O'Neill je podobný mlýnu PulvocronTM, ale může být opatřen několika řadami drtících kotoučů. Kotouč třídiče je upevněn na stejné ose jako drtící kotouče. Třídič je regulován změnami kruhové destičky na třídiči a nastavením otvoru recirkulační záklopky.

V sadě sedmi běhů byly měněny parametry zahrnující průměr kruhové destičky (3 cm nebo 10 cm), otvor recirkulační záklopky (5 cm nebo 12 cm) a rychlost přívodu (312 až 2813 kg/h). Mlýn pracoval za konstantní rychlosti 4600 ot./min. Při většině běhů byl přívod před-drcen za

použití kladivového mlýnu CommanderTM, jak je popsáno výše pro PulvocronTM. Data jsou uvedena v tabulkách níže (n.t. = nebylo testováno).

běh č.	1	2	3	4
trvání běhu, minuty	3	3	3	13
průměr kruhové destičky, cm	3	3	10	3
otvor recirkulační záklopy, cm	5	5	12	5
přívod předdrcen?	ano	ano	ano	ano
Rychlost přívodu, kg/h	1134	2269	2813	625
Nepřijatelné zanesení?	ne	ne	ne	ne
<u>Charakterizace produktu:</u>				
rozměr částic ¹ , μm	n.t.	16,2	18,7	13,6
Specifická plocha povrchu, cm ² /g	n.t.	1,29	1,09	1,43
<u>Vhodnost pro protlačování:</u>				
Formulace A	n.t.	n.t.	přijatelná	n.t.
Formulace B	n.t.	n.t.	ne dobrá	n.t.

běh č.	5	6	7
trvání běhu, minuty	12	13	11
průměr kruhové destičky, cm	3	3	3
otvor recirkulační záklopy, cm	12	5	12
přívod předdrcen?	ano	ne	ne
Rychlost přívodu, kg/h	619	312	317
Nepřijatelné zanesení?	ne	ne	ne
<u>Charakterizace produktu:</u>			
rozměr částic ¹ , μm	12,9	11,6	11,3
Specifická plocha povrchu, cm ² /g	1,47	1,55	1,60
<u>Vhodnost pro protlačování:</u>			
Formulace A	mezní	n.t.	mezní
Formulace B	n.t.	n.t.	ne dobrá

¹Coulter

Byly stanoveny provozní podmínky pro vzdušný třídící mlýn Schutz-O'Neill, které by končily účinnou výrobou prášku amonium glyfosatu s průměrnou velikostí částic menší než 15 μm . Nicméně produkt nebyl nalezen jako obecně vhodný pro následné extruzní zpracování za vzniku formulace A nebo formulace B, ačkoli jeden běh opravdu dával produkt, který byl přijatelný pro výrobu formulace A.

E. Vzduchový třídící mlýn PremaTM Model CLM35

Vzduchový třídící mlýn PremaTM firmy Prater Industries má nezávisle řízený vzduchový třídíč. Má vnitřní kruhové síto pro zajištění přídavného třídění. Rotor je konstruován pro zajištění dvou fází mletí ve stejné jednotce. Jemný materiál tvořený v první fázi je odváděn z mlýnu bez toho, že by prošel druhou fází.

V sadě čtrnácti běhů byly měněny parametry zahrnující rychlost rotoru (5560 až 6650 ot./min), rychlost třídíče (2000 až 4800 ot./min), průtok vzduchu (18,8 až 27,2 m^3/min) a rychlost přívodu (51 až 173 kg/h). Při některých bězích byl přívod před-drcen za použití kladivového mlýnu CommanderTM, jak bylo posáno výše pro PulvocronTM. Data jsou předložena v tabulkách níže (n.t. = nebylo testováno).

běh č.	1	2	3	4	5
trvání běhu, minuty	12	47	3	6	4
rychlost rotoru, ot./min	6628	6628	6628	6628	6628
rychlost kotouče třídíče, ot./min	4800	4800	4000	4000	4000
tok vzduchu, m^3/min	19,3	19,1	18,8	25,7	26,6
přívod předdrcen?	ne	ne	ne	ne	Ne
rychlost přívodu, kg/h	53	51	95	55	55
nepřijatelné zanesení?	ne	ano	ne	ne	Ne
<u>charakterizace produktu:</u>					
rozměr částic ¹ , μm	n.t.	6,3	7,4	8,6	8,6
specifická plocha povrchu, cm^2/g	n.t.	2,70	2,29	2,00	2,08
<u>vhodnost pro protlačování:</u>					
formulace A	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.
formulace B	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.

běh č.	6	7	8	9	10
trvání běhu, minuty	17	7	18	16	24
rychlost rotoru, ot./min	6628	6628	6628	6628	6628
rychlost kotouče třídiče, ot./min	4000	4000	3000	2000	3000
tok vzduchu, m ³ /min	26,6	23,6	26,8	26,9	26,9
přívod předdrcen?	ne	ne	ne	ne	Ano
rychlost přívodu, kg/h	55	92	173	166	115
nepřijatelné zanesení?	ne	ano ²	ne	ne	Yes
<u>charakterizace produktu:</u>					
rozměr částic ¹ , μm	9,3	9,1	11,2	17,1	12,7
specifická plocha povrchu, cm ² /g	2,16	1,92	1,65	1,07	1,44
<u>vhodnost pro protlačování:</u>					
formulace A	přijatelná	n.t.	mezní	mezní	n.t.
formulace B	ne dobrá	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.

běh č.	11	12	13	14
trvání běhu, minuty	26	26	16	29
rychlost rotoru, ot./min	6628	5560	5560	5560
rychlost kotouče třídiče, ot./min	3000	3000	4022	3017
tok vzduchu, m ³ /min	26,9	27,2	27,0	27,1
přívod předdrcen?	ano	ano	ano	ne
rychlost přívodu, kg/h	103	103	59	93
nepřijatelné zanesení?	ne	ano	ne ³	ano
<u>charakterizace produktu:</u>				
rozměr částic ¹ , μm	14,0	14,4	10,5	11,2
specifická plocha povrchu, cm ² /g	1,24	1,31	1,68	1,79
<u>vhodnost pro protlačování:</u>				
formulace A	mezní	n.t.	n.t.	přijatelná

formulace B	n.t.	n.t.	n.t.	ne dobrá
-------------	------	------	------	----------

¹Coulter

²produkt roztaven v mlýnu

³běh přerušen z důvodu mechanického problému

Mlýn PremaTM by mohl pracovat takovým způsobem, aby poskytoval prášek bez nepříjemného zanášení materiálu v mlýnu; nicméně za těchto podmínek nebyl produkován prášek obecně vhodný pro následné extruzní zpracování. Produkt některých běhů byl přijatelný pro výrobu formulace A, nikoli však formulace B.

F. RotormillTM Model 3000

RotormillTM firmy International Process Equipment Co. má rotor obsahující vertikální osu nesoucí několik sad lopatek a/nebo turbovrtulí, které tvoří kapsu vzduchu rotujícího za velmi vysoké rychlosti. Částice vstupující do této kapsy podstupují snižování velikosti primárně vzájemnými srážkami. Model 3000 má čtyři sady lopatek a jednu sadu turbovrtulí, a také kotouč třídiče rotující na stejné ose jako lopatky a turbovrtule.

V sadě sedmi běhů byly měněny parametry zahrnující odstranění turbovrtulí a rychlost přívodu. Rychlost rotoru a třídiče byla konstantně 2150 ot./min. Při jednom běhu byl přívod před-drcen za použití kladivového mlýnu CommanderTM, jak je popsáno výše pro PulvocronTM. Data jsou předložena v tabulkách níže (n.t. = nebylo testováno).

běh č.	1	2	3	4
trvání běhu, minuty	4	18	2	18
turbovrtule odstraněny?	ne	ne	ne	ne
přívod předdrcen?	ne	ne	ne	ne
rychlost přívodu, kg/h	1000	830		640
nepříjemné zanesení?	ne	ano	ano ¹	ne
<u>charakterizace produktu:</u>				
rozměr částic ² , μm	16,8	13,4	n.t.	17,0
specifická plocha povrchu, cm^2/g	1,79	1,90	n.t.	1,03
<u>vhodnost pro protlačování:</u>				
formulace A	n.t.	velmi dobrá	n.t.	mezní
formulace B	n.t.	ne dobrá	n.t.	ne dobrá

běh č.	5	6	7 ³
trvání běhu, minuty	3	15	5
turbovrtule odstraněny?	ne	ano	
přívod předdrcen?	ne	ne	ne
rychlost přívodu, kg/h		640	317
nepřijatelné zanesení?	ano ¹	ne	ne
<u>charakterizace produktu:</u>			
rozměr částic ² , μm	n.t.	26,6	27,5
specifická plocha povrchu, cm^2/g	n.t.	0,68	0,77
<u>vhodnost pro protlačování:</u>			
formulace A	n.t.	ne dobrá	mezní
formulace B	n.t.	n.t.	n.t.

¹produkt se roztavil v mlýnu

²Coulter

³při tomto běhu byl materiál přiveden do mlýnu dvakrát

Pouze jeden běh na zařízení RotormillTM vedl k průměrné velikosti částic menší než 15 μm . Materiál z tohoto běhu se jevil jako vhodný pro následné zpracování protlačováním za tvorby formulace A, avšak nikoli formulace B. Odstranění turbovrtulí pomohlo zařízení pracovat s menšími problémy, ale vedlo k výrazně větší průměrné velikosti částic a špatné následné zpracovatelnosti.

G. Proudový mlýn MicronizerTM

Proudový mlýn Sturtevant MicronizerTM nejprve testovaný byl model 20 cm. Před-drcení bylo provedeno za použití kolíkového mlýnu Sturtevant SimpactorTM nebo kladivového mlýnu Jacobson CommanderTM. Při některých bězích byly vločky amonium glyfosatu přiváděny do proudového mlýnu bez před-drcení.

Proudový mlýn byl testován se vstřikovacím portem přehrazeným linerem z nerezové oceli nebo polytetrafluorethylenu (PTFE), a s linerem z oxidu hlinitého nebo z polyuretanu v mlecí komoře. Rychlost přívodu byla měněna od 11 do 86 kg/h. Průtok vzduchu ve všech bězích byl 3,65 m³/minutu, dodávaný při 690 kPa. Později byl testován poloprovozní 36 cm MicronizerTM

proudový mlýn při rychlosti přívodu 95 kg/h. Data jsou předložena v tabulkách níže (n.t. = nebylo testováno).

běh č.	1	2	3	4	5
Velikost proudového mlýnu, cm	20	20	20	20	20
Materiál vstřikovacího portu	ocel	ocel	ocel	PTFE	PTFE
Materiál lineru	oxid hlinitý	oxid hlinitý	oxid hlinitý	oxid hlinitý	oxid hlinitý
Před-drtící mlýn	žádný	žádný	žádný	kolíkový	kolíkový
Rychlost přívodu, kg/h	41	86	23	23	41
Nepřijatelné zanesení?	ne	ne	ne	ne	ne
<u>Charakterizace produktu:</u>					
Rozměr částic, μm	14,5 ¹	30,2 ¹	7,6 ¹	6,1 ¹	9,2 ¹
Specifická plocha povrchu, cm^2/g	n.t.	n.t.	1,30	1,62	n.t.
<u>Vhodnost pro protlačování:</u>					
Formulace A	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.	n.t.
Formulace B	vynikající	mezí	vynikající	vynikající	n.t.

Běh č.	6	7	8	9	10
Velikost proudového mlýnu, cm	20	20	20	20	20
Materiál vstřikovacího portu	PTFE	PTFE	ocel	ocel	ocel
Materiál lineru	PU	PU	oxid hlinitý	oxid hlinitý	oxid hlinitý
Před-drtící mlýn	ne	ne	kladivový	kladivový	kladivový
Rychlost přívodu, kg/h	11	41	31	38	49
Nepřijatelné zanesení?	ne	ne	ne	ne	ne
<u>Charakterizace produktu:</u>					
Rozměr částic, μm	6,6 ¹	15,8 ¹	5,3 ²	6,1 ²	6,9 ²
Specifická plocha povrchu, cm^2/g	1,62	0,97	2,65	2,42	2,24
<u>Vhodnost pro protlačování:</u>					
Formulace A	n.t.	n.t.	vynikající	přijatelná	mezí

Formulace B	vynikající	n.t.	přijatelná	přijatelná	mezní
-------------	------------	------	------------	------------	-------

Běh č.	11	12	13	14	15
Velikost proudového mlýnu, cm	20	20	20	20	36
Materiál vstřikovacího portu	ocel	ocel	ocel	ocel	ocel
Materiál lineru	oxid hlinitý	oxid hlinitý	oxid hlinitý	oxid hlinitý	oxid hlinitý
Před-drtící mlýn	kolíkový	kolíkový	kolíkový	žádný	kladivový
Rychlost přívodu, kg/h	26	35	49	34	95
Nepřijatelné zanesení?	ne	ne	ne	ne	ne
<u>Charakterizace produktu:</u>					
Rozměr částic, μm	4,9 ²	5,7 ²	7,2 ²	8,4 ²	5,4 ²
Specifická plocha povrchu, cm^2/g	2,70	2,51	2,13	2,14	2,31
<u>Vhodnost pro protlačování:</u>					
Formulace A	přijatelná	přijatelná	mezní	mezní	velmi dobrá
Formulace B	přijatelná	n.t.	n.t.	mezní	velmi dobrá

¹Brinkman

²Coulter

Z výše uvedeného je zřejmé, že proudový mlýn MicronizerTM je vhodným zařízením pro snižování velikosti amonium glyfosatu. Proces běžel s malými problémy a jestliže rychlost přívodu nebyla nadměrná, byl tvořen produkt, který byl obecně vhodný pro následné zpracování protlačováním pro výrobu buď formulace A, nebo formulace B. Zejména běh se zvětšením měřítka (běh č. 15) za použití větší jednotky byl velmi úspěšný. Kladivový mlýn byl pro před-drcení výhodnější než kolíkový mlýn.

Předchozí popis provedení podle vynálezu neomezuje rozsah vynálezu. Odborníci v oblasti techniky rozpoznají, že mohou být provedeny modifikace specifických provedení vynálezu zde popsaných, které do rozsahu vynálezu spadají.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy amonium glyfosatu ve formě prášku, vyznačující se tím, že se
 - (a) smísí (i) pevná glyfosatová kyselina ve formě částic s (ii) vodou v množství asi 0,5 až asi 3 hmotn. díly na hmotn. díl kyseliny glyfosatové, a (iii) zásadou, která dodává amonné kationty, v množství asi 0,8 až asi 1,25 molárních ekvivalentů amoniaku na mol kyseliny glyfosatové, za vzniku vodného reakčního média;
 - (b) přičemž probíhá reakce zásady s kyselinou glyfosatovou ve vodném reakčním médiu za vzniku reakčního produktu zahrnujícího koncentrovaný vodný roztok amonium glyfosatu; načež se
 - (c) reakční produkt suší za vzniku pevné látky ve formě částic; a následně se provede
 - (d) urychlování částic pevné látky v turbulentním vysokorychlostním proudu plynu mezičásticovým třením za tvorby amonium glyfosatu ve formě prášku s průměrnou velikostí částice asi 5 až asi 20 μm .
2. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že se nejdříve smísí kyselina glyfosatová a voda za současného míchání za vzniku řídké suspenze a poté se k řídké suspenzi přidá za pokračujícího míchání zásada, která dodává amonné kationty.
3. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že se reakční produkt suší kontaktem s vyhřívaným povrchem za tvorby pevné usazeniny na vyhřívaném povrchu a poté se získá pevná látka ve formě částic.
4. Způsob podle nároku 3, vyznačující se tím, že se krok sušení provádí se zařízením typu bubnové sušárny.
5. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že se částice pevné látky urychlují v turbulentním vysokorychlostním proudu plynu v zařízení typu fluidního mlýnu nebo proudového mlýnu a proud plynu je proud vzduchu.
6. Způsob podle nároku 5, vyznačující se tím, že pevná látka ve formě částic získaná po usušení je předem drcena mechanickým mletím před fluidním nebo proudovým mletím.

7. Způsob přípravy suché granulované formulace obsahující amonium glyfosat a jednu nebo více povrchově aktivních látek, vyznačující se tím, že se
- (a) smísí (i) pevná glyfosatová kyselina ve formě částic, (ii) s vodou v množství asi 0,5 až asi 3 hmotn. díly na hmotn. díl kyseliny glyfosatové, a (iii) zásadou, která dodává amonné kationty, v množství asi 0,8 až asi 1,25 molárních ekvivalentů amoniaku na mol kyseliny glyfosatové, za vzniku vodného reakčního média;
 - (b) přičemž probíhá reakce zásady s kyselinou glyfosatovou ve vodném reakčním médiu za vzniku reakčního produktu zahrnujícího koncentrovaný vodný roztok amonium glyfosatu;
 - (c) načež se reakční produkt suší za tvorby pevné látky ve formě částic;
 - (d) které se mezičásticovým třením v turbulentním vysokorychlostním proudu plynu urychlí za tvorby prášku amonium glyfosatu s průměrnou velikostí částic asi 5 až asi 20 μm ;
 - (e) načež se smísí asi 75 až asi 90 hmotn. dílů prášku amonium glyfosatu s asi 10 až asi 25 hmotn. díly jedné nebo více povrchově aktivních látek, a s asi 3 až asi 10 hmotn. díly vody na 100 hmotn. dílů složek jiných než voda, za tvorby extruzní vlhké směsi;
 - (f) která se protlačuje za tvorby provazců extrudátu, jenž se lámou za tvorby vlhkých soudržných granulí; a
 - (g) poté se granule suší za tvorby suché granulované formulace.
8. Způsob podle nároku 7, vyznačující se tím, že se za současného míchání smísí kyselina glyfosatová s vodou za vzniku řídké suspenze a poté k řídké suspenzi přidá s pokračujícím mícháním zásada, která dodává amonné kationty.
9. Způsob podle nároku 7, vyznačující se tím, že se reakční produkt suší kontaktem s vyhřívaným povrchem za tvorby pevné usazeniny na vyhřívaném povrchu a poté se získá pevná látka ve formě částic.
10. Způsob podle nároku 9, vyznačující se tím, že se krok sušení provede v zařízení typu bubnové sušárny.
11. Způsob podle nároku 7, vyznačující se tím, že se částice pevné látky urychlují v turbulentním vysokorychlostním proudu plynu v zařízení typu fluidního mlýnu nebo proudového mlýnu a proud plynu je proud vzduchu.

12. Způsob podle nároku 11, vyznačující se tím, že pevná látka ve formě částic získaná po usušení je předem drcena mechanickým mletím před fluidním nebo proudovým mletím.
13. Způsob podle nároku 7, vyznačující se tím, že se sušené granule dále (h) třídí pro odstranění nebo recyklaci granulí, úlomků granulí nebo shluků granulí, které jsou mimo žádoucí rozmezí velikostí.
14. Způsob podle nároku 7, vyznačující se tím, že povrchově aktivní látka nebo povrchově aktivní látky jsou jednotlivě vybrány z těch, které jsou kapalné nebo v tekutém stavu, za nepřítomnosti vody nebo jiného rozpouštědla při 25 °C.

