SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**

ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

ZVEREJNENÁ PATENTOVÁ PRIHLÁŠKA

(22) Dátum podania prihlášky: **17. 10. 2001**
(31) Číslo prioritnej prihlášky: **09/692 119**
(32) Dátum podania prioritnej prihlášky: **19. 10. 2000**
(33) Krajina alebo regionálna organizácia priority: **US**
(40) Dátum zverejnenia prihlášky: **11. 9. 2003**
Vestník ÚPV SR č.: **9/2003**
(62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:
(86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **PCT/EP01/11997**
(87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **WO02/32845**

(11), (21) Číslo dokumentu:

480-2003

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.[7] :

C07C 51/41,
C07C 65/21,
C07C 63/10,
C07C 59/68,
C07C227/18

(71) Prihlasovateľ: **BASF CORPORATION, Mount Olive, NJ, US;**

(72) Pôvodca: **Peterson Rodger E., Beaumont, TX, US;**
Cannan Terrance M., Raleigh, NC, US;
Lisa Rudolph Ernest, Grosse Ile, MI, US;

(74) Zástupca: **Žovicová Viera, Mgr., Bratislava, SK;**

(54) Názov: **Spôsob výroby solí karboxylových kyselín**

(57) Anotácia:
Opisuje sa spôsob produkcie suchých častíc solí alkalických kovov alebo amónnych solí karboxylových kyselín, pri ktorom sa roztopená karboxylová kyselina zmieša s roztokom alkalickej zlúčeniny obsahujúcej alkalické kovy alebo amónium a karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina sa nechajú reagovať za vzniku soli karboxylovej kyseliny. Zo soli karboxylovej kyseliny sa potom odstráni voda, pričom sa získajú suché častice soli karboxylovej kyseliny. Dávkový pomer roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny sa reguluje tak, aby sa karboxylová kyselina pri tomto spôsobe neutralizovala.

SK 480-2003 A3

Spôsob výroby solí karboxylových kyselín

Oblasť techniky

Predložený vynález sa týka prípravy suchých častíc solí karboxylových kyselín a predovšetkým spôsobov neutralizácie karboxylových kyselín s použitím alkalických zlúčenín obsahujúcich alkalické kovy alebo amónium, na výrobu bezpečných a využiteľných herbicídnych solí karboxylových kyselín.

Doterajší stav techniky

Pre karboxylové kyseliny, ako sú benzoové kyseliny, fenoxykarboxylové kyseliny, pyridínkarboxylové kyseliny a chinolínkarboxylové kyseliny, sa zistilo, že sú využiteľné pri ničení rastu burín v rozličných poľnohospodárskych plodinách. Vhodne sa tieto karboxylové kyseliny klasifikujú ako herbicídy regulácie rastu a pôsobia ako syntetické auxíny pri prevencii rastu burín v poľnohospodárskych plodinách. Herbicídne účinné množstvo týchto herbicídnych karboxylových kyselín sa aplikuje na miesto výskytu burín, vo všeobecnosti spolu s poľnohospodársky prijateľnými nosičmi, povrchovo aktívnymi činidlami a ďalšími prísadami na ničenie rastu burín.

Pretože herbicídne účinné karboxylové kyseliny sú spravidla nerozpustné vo vode, karboxylové kyseliny sa zvyčajne konvertujú na formy esterov alebo solí, pri aplikácii na miesto výskytu buriny. V týchto formách sa karboxylové kyseliny môžu transportovať ako koncentrované roztoky a potom sa zriediť pri bežnom použití. Napríklad, estery karboxylových kyselín sa vo všeobecnosti dodávajú ako emulgovateľné koncentráty na báze destilátov ropy a soli karboxylových kyselín sa typicky dodávajú vo forme vodných koncentrátov, pričom oboje sa pri bežnom použití riedia vodou.

Soli karboxylových kyselín majú výhodné formy pre tieto herbicídy. Na ničenie rastu širokolistých burín sa zvyčajne používajú predovšetkým amónne soli a soli alkalických kovov. Okrem dodávania týchto solí karboxylových kyselín vo forme kvapalných koncentrátov sa tieto soli karboxylových kyselín môžu tiež poskytovať v granulovanej forme.

Konvenčným spôsobom prípravy granulovaných solí karboxylových kyselín je zmiešanie a reakcia vodného roztoku karboxylových kyselín a alkalického roztoku obsahujúceho alkalické kovy alebo amónium, za vzniku soli karboxylovej kyseliny a vody. Soľ karboxylovej kyseliny sa potom vysuší, za vzniku buď kvapalného koncentrátu alebo granulovaného herbicídu.

Jedným problémom pri tejto konvenčnej metóde je cena. Aby sa soľ karboxylovej kyseliny po pripravení vysušila, soľ sa musí predovšetkým zahrievať. Z dôvodu objemu vody, ktorá sa použila na prípravu roztoku a tiež vody, ktorá sa vyprodukovala v priebehu prípravy soli karboxylovej kyseliny, je nákladné dodať potrebné množstvo tepelnej energie na vysušenie roztoku soli karboxylovej kyseliny, aby sa pripravil kvapalný koncentrát alebo granulovaný herbicíd.

Okrem toho sa môžu vyskytovať komplikácie v súvislosti s konvenčnými sušiarňami, ktoré sa používajú na sušenie roztokov solí karboxylových kyselín. Napríklad, hoci sa rozprašovacie sušiarne bežne používajú na sušenie týchto roztokov, množstvo vody, ktoré je potrebné pridať k roztoku sa musí často zvýšiť, aby sa umožnilo účinné rozprašovanie dávky. Navyše, pretože je často potrebné pridať ďalšie množstvo vody, teploty na prívode plynu, ktoré sa požadujú na ekonomické sušenie materiálu, môžu prekročiť bezpečnú pracovnú teplotu materiálu. Dôsledkom toho je, že sušiarne musia byť ovládané tak, aby sa zabránilo riziku požiaru alebo explózie produktu. Rozprašovacia sušiareň teda buď pracuje pri vyššej požadovanej teplote pod inertnou atmosférou, čo je nákladné, alebo rozprašovacia sušiareň pracuje pri nízkych a bezpečných teplotách, ktoré významne znižujú výkonnosť.

Ďalšou otázkou v súvislosti s produkciou solí karboxylových kyselín je hodnota pH roztokov solí karboxylových kyselín. Použili sa rozličné metódy na regulovanie hodnoty pH roztokov solí karboxylových kyselín a výsledných solí karboxylových kyselín. Predovšetkým z toho dôvodu, že výsledné roztokov soli karboxylových kyselín sa vo všeobecnosti neskôr rozpúšťajú vo vode, pre ich prípadné použitie je dôležité, aby sa pripravili soli, ktoré pri rozpúšťaní vo vode poskytujú požadovanú hodnotu pH.

Jedným spôsobom na regulovanie hodnoty pH roztokov solí karboxylových kyselín je neutralizovanie roztoku, ktoré je potrebné pred sušením solí karboxylových kyselín. Napríklad, tlmivé roztoky, ako sú alkalické zlúčeniny sa kombinujú so soľami karboxylových kyselín, aby sa dosiahla požadovaná hodnota pH pre roztoky karboxylových kyselín. Americký patentový dokument US č. 5,266,553 opisuje spôsob výroby solí karboxylových kyselín pripravením solí karboxylových kyselín z karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny a potom reakciu soli karboxylovej kyseliny s druhou alkalickou pufrovacou zlúčeninou, za vzniku soli karboxylovej kyseliny, ktorá má zvýšenú rozpustnosť vo vode.

Alternatívnym spôsobom regulovania hodnoty pH solí je príprava rozličných vsádzok solí karboxylových kyselín a zmiešanie vsádzok, aby sa dosiahla požadovaná hodnota pH. Avšak proces sušenia upravených solí je obťažný, najmä ak sú lepkavé, aby sa pripravil konzistentný produkt.

Pri použití tlmivých roztokov a zmiešaných vsádzok solí nejestvujú účinné metódy na produkciu granulovaných herbicídne účinných solí karboxylových kyselín. Preto tu je potreba poskytnúť spôsob konzistentne vyrábaných suchých solí karboxylových kyselín.

Podstata vynálezu

Predložený vynález sa týka spôsobu konzistentne vyrábaných suchých solí karboxylových kyselín. Pri výrobe týchto solí s použitím spôsobu podľa predloženého vynálezu, sa karboxylová kyselina v podstate úplne neutralizuje. Dôsledkom toho je, že soli karboxylových kyselín podľa vynálezu nevyžadujú zmiešavanie alebo použitie tlmivých roztokov, aby sa dosiahla požadovaná hodnota pH. Preto soli karboxylových kyselín vyrábané spôsobom podľa predloženého vynálezu sa môžu okamžite baliť a transportovať na použitie. Okrem toho, soli karboxylových kyselín podľa vynálezu sa môžu tiež vyrábať s nižšími nákladmi, z dôvodu znížených nákladov na ohrev pri ich príprave.

Úžitok predloženého vynálezu poskytuje spôsob prípravy solí alkalických kovov alebo amónnych solí karboxylových kyselín, pri ktorom sa do miešačky nadávkuje roztopená karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina obsahujúca alkalický kov alebo amónium v roztoku a karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina

sa zmieša. Výhodne sa alkalická zlúčenina nadávkuje do miešačky v množstve, s rozdielom plus mínus približne 1 %, a výhodne s rozdielom plus mínus 0,6 %, z mólového množstva postačujúceho na neutralizovanie karboxylovej kyseliny nadávkovanej do miešačky. Výhodne tiež roztopená karboxylová kyselina neobsahuje v podstate žiadnu vodu. Roztopená karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina obsahujúca alkalický kov alebo amónium reaguje za vzniku soli alkalického kovu alebo amónnej soli karboxylovej kyseliny a karboxylová kyselina sa v podstate neutralizuje, t.j. po tomto reakčnom kroku zostáva menej ako 1 % karboxylovej kyseliny, nadávkovanej do procesu. Najmenej časť reakčného kroku, a typicky v podstate všetky reakčné kroky, sa uskutočňujú v miešačke. Soľ karboxylovej kyseliny a všetka zostávajúca karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina postupujú z miešačky do sušiarne, kde sa voda (vytvorená pri reakcii a pridaná s alkalickou zlúčeninou) odstráni zo soli alkalického kovu alebo z amónnej soli karboxylovej kyseliny, pričom sa pripravia suché častice soli alkalického kovu alebo amónnej soli karboxylovej kyseliny. Suché častice soli alkalického kovu alebo amónnej soli karboxylovej kyseliny sa potom zachytia ako produkt a nevyžadujú tlmivé roztoky alebo zmiešavanie vsádzok na nastavenie pH hodnoty častíc. Kroky spôsobu podľa predloženého vynálezu typicky tvoria časť kontinuálneho spôsobu na prípravu solí karboxylových kyselín.

V súlade s predloženým vynálezom, karboxylové kyseliny použité pri spôsobe prípravy solí karboxylových kyselín sú výhodne herbicídmi regulujúcimi rast, zvolenými zo skupiny zahrňujúcej herbicídne účinné kyseliny benzoové, herbicídne účinné kyseliny fenoxykarboxylové, herbicídne účinné kyseliny pyridínkarboxylové a herbicídne účinné kyseliny chinolínkarboxylové. 2-Metoxy-3,6-dichlórbenzooová kyselina (dicamba) je predovšetkým výhodná na použitie podľa predloženého vynálezu. Alkalickou zlúčeninou, obsahujúcou alkalický kov alebo amónium, je výhodne zlúčenina sodíka, ako je hydroxid sodný alebo hydrogenuhličitan sodný.

V jednom uskutočnení podľa predloženého vynálezu sa roztopená karboxylová kyselina a roztok alkalickej zlúčeniny, obsahujúcej alkalický kov alebo amónium, nadávkujú do miešačky. Podľa predloženého vynálezu je výhodné, ak sa pomer pridaných zložiek udržiava tak, aby množstvo alkalickej zlúčeniny,

nadávkovanej do miešačky alebo do sušiarne zodpovedalo rozdielu plus mínus približne 1 % z mólového množstva postačujúceho na neutralizovanie karboxylovej kyseliny. Najmenej časť reakcie, a typicky v podstate celá reakcia, sa uskutočňuje v miešačke, takže menej ako približne 1 % karboxylovej kyseliny nadávkovanej do miešačky postúpi do sušiarne. Miešačka a sušiareň sú obidve výhodne izolované tak, aby sa všetko teplo neutralizácie, produkované v reakčnom kroku, dalo využiť ako pomocný prostriedok pri odstraňovaní vody z výslednej soli karboxylovej kyseliny. Sušiareň sa tiež výhodne vyhrieva, aby sa produkovali suché častice solí karboxylových kyselín, a môže pracovať za vákua, v dusíkovej atmosfére, alebo oboje. Sušiareň je taktiež výhodne samočistiaca, špeciálne ak roztoky výsledných solí karboxylových kyselín silne priľnú k horúcim povrchom sušiarne, t.j. sú lepkavé. Výsledné častice suchých solí karboxylových kyselín obsahujú výhodne menej ako 5 % hmotnostných, a predovšetkým výhodne menej ako 1 % hmotnostné vody.

V ďalšom výhodnom uskutočnení predloženého vynálezu sa dicambát sodný pripraví zmiešaním roztavenej dicamby s vodným roztokom hydroxidu sodného pri mólovom pomere 1 : 0,97 +/- 0,6 %, t.j. pri pomere medzi 1 : 0,964 a 1 : 0,976, a výhodne pri v podstate konštantnom mólovom pomere medzi 1 : 0,964 až 1 : 0,976. Roztavená dicamba výhodne neobsahuje v podstate žiadnu vodu. Roztavená dicamba a roztok alkalickej sodnej zlúčeniny sa výhodne nadávkujú do miešačky a potom postupujú do sušiarne. Roztavená dicamba a alkalická sodná zlúčenina sa nechajú reagovať za vzniku sodnej soli dicamby (dicambát sodný) a dicamba sa neutralizuje. Voda sa potom odstráni z dicambátu sodného, pričom sa získajú suché častice dicambátu sodného, ktoré majú hodnotu pH, pri rozpustení vo vode, medzi približne 7 a približne 9. Suché častice dicambátu sodného sa potom zachytia ako produkt.

Spôsobom podľa predloženého vynálezu sa môžu produkovať suché soli karboxylových kyselín bez potreby ďalšieho alebo druhého kroku neutralizácie. Okrem toho, spôsob podľa predloženého vynálezu je využiteľný predovšetkým pre materiály, ktoré silne priľnú k horúcim povrchom sušiarne, ako je dicambát sodný, pri ktorej použitie miešačky a sušiarne v kombinácii poskytuje soli karboxylových kyselín, ktoré majú vyhovujúcu hodnotu pH. Navyše, na rozdiel od spôsobov podľa doterajšieho stavu techniky, pri ktorých sa používajú karboxylové kyseliny

rozpustené vo vode, roztopená karboxylová kyselina, ktorá sa používa pri spôsobe podľa predloženého vynálezu, v podstate neobsahuje žiadnu vodu, teda znižuje sa množstvo vody, ktorú je potrebné odstrániť pri sušení. Toto zase znižuje náklady na sušenie solí karboxylových kyselín. Výsledné suché soli karboxylových kyselín majú požadovanú hodnotu pH (pri rozpustení vo vode) a môžu sa okamžite baliť a transportovať bez toho, aby sa soli museli zmiešavať alebo sa soli museli pufrovať, aby sa dosiahla požadovaná hodnota pH.

Tieto a ďalšie charakteristiky a výhody predloženého vynálezu budú zjavnejšie pre odborníkov skúsených v odbore po vysvetlení nasledujúceho podrobného opisu a pripojeného nákresu, ktorý opisuje ako výhodné tak aj alternatívne uskutočnenie podľa predloženého vynálezu.

Obrázok 1 schematicky znázorňuje príkladný spôsob prípravy solí karboxylových kyselín podľa predloženého vynálezu.

Na nákrese a v nasledujúcom podrobnom opise sú výhodné uskutočnenia podrobne opísané, aby sa umožnilo praktické uskutočnenie vynálezu. Hoci je vynález opísaný s odkazom na tieto špecifické výhodné uskutočnenia, je potrebné si uvedomiť, že tento vynález nie je obmedzený na tieto výhodné uskutočnenia. Naopak, predložený vynález zahrňuje početné alternatívy, modifikácie a ekvivalenty, ako bude zrejmé z vysvetlenia nasledujúceho podrobného opisu a pripojeného nákresu.

Obrázok 1 schematicky znázorňuje príkladný spôsob produkcie solí karboxylových kyselín podľa predloženého vynálezu. Na obrázku 1 sa roztopená karboxylová kyselina nadávkuje zo zdroja roztopenej karboxylovej kyseliny 10, cez prívodné potrubie 12 do miešačky, označenej všeobecne ako 14. Roztopená karboxylová kyselina sa môže do miešačky 14 zavádzať kontinuálne alebo prerušovane, výhodne s použitím čerpadla, ako je podrobnejšie opísané v ďalšom.

Roztopená karboxylová kyselina sa pripraví zahrievaním pevnej karboxylovej kyseliny pri podmienkach, ktoré sú postačujúce na prípravu jej taveniny. Odborníci skúsení v odbore si budú vedomí toho, že podmienky prípravy roztopenej karboxylovej kyseliny sa môžu meniť v závislosti na takých faktoroch, ako je teplota topenia karboxylovej kyseliny, viskozita taveniny kyseliny, prietok, tlak a podobne.

Napríklad, karboxylová kyselina, 2-metoxy-3,6-dichlórbenzoová kyselina (dicamba) má teplotu topenia približne 105 °C. Pri spôsobe podľa predloženého vynálezu sa dicamba zahrieva na teplotu, ktorá je postačujúca na roztopenie kyseliny, takže je schopný tečenia, ale nie je taká vysoká, aby sa kyselina rozložila. Výhodne sa dicamba zahrieva na teplotu, ktorá nie je vyššia ako približne 130 °C, a predovšetkým výhodne na teplotu medzi približne 105 °C a asi 115 °C. Odborník skúsený v odbore bude schopný ľahko určiť vhodné teplotné rozsahy pre ďalšie karboxylové kyseliny.

Prívodné potrubie 12 sa môže navrhnúť tak, že teplota je postačujúca na to, aby sa karboxylová kyselina udržiavala v roztopenom stave. Napríklad, prívodné potrubie 12 sa môže vyhrievať elektricky alebo zahrievaním prívodného potrubia s použitím metód, ktoré sú známe z doterajšieho stavu techniky, ako je použitie pary alebo plášťa s olejom alebo vysokotlakovej pary. Ak sa použije dicamba, prívodné potrubie 12 sa typicky udržiava pri teplote v rozsahu od približne 105 °C do asi 115 °C.

Alkalická zlúčenina sa nadávkuje zo zdroja alkalickej zlúčeniny 16 cez prívodné potrubie 18 do miešačky 14. Alkalická zlúčenina sa môže tiež do miešačky 14 zavádzať kontinuálne alebo prerušovane, napríklad s použitím čerpadla, ako je podrobnejšie opísané v ďalšom. Alkalická zlúčenina môže byť v pevnej alebo v kvapalnej forme alebo vo forme pevnej látky rozpustenej alebo dispergovanej v rozpúšťadle. Výhodne sa alkalická zlúčenina dodáva v roztoku a predovšetkým výhodne vo vodnom roztoku. Ak sa použije vodný roztok, koncentrácia alkalickej zlúčeniny sa môže meniť a typicky predstavuje od približne 20 do asi 80 percent, výhodne približne 50 percent, hoci sa tiež môžu použiť koncentrácie mimo tohto rozsahu.

Karboxylová kyselina môže zahrňovať akúkoľvek herbicídnu zlúčeninu, ktorá má funkčnú skupinu karboxylovej kyseliny, ako je známe z doterajšieho stavu techniky. Príklady karboxylových kyselín zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, herbicídne účinné kyseliny benzoové, herbicídne účinné kyseliny fenoxykarboxylové, herbicídne účinné kyseliny pyridínkarboxylové a herbicídne účinné kyseliny chinolínkarboxylové. Príklady vhodných herbicídne účinné kyselín benzoových zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, 2-metoxy-3,6-dichlórbenzoovú

kyselinu (dicamba); 3,5,6-trichlór-*o*-anízovú kyselinu (tricamba); 3-amino-2,5-dichlórbenzoovú kyselinu (amiben); 5-2[2-chlór-4-(trifluórmetyl)fenoxy]-2-nitrobenzoovú kyselinu; 2,3,5-trijódbenzoovú kyselinu a trichlórbenzoovú kyselinu; a podobne. Príklady vhodných herbicídne účinných fenoxykarboxylových kyselín zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, 2,4-dichlórfenoxy-octovú kyselinu (2,4-D); 2,4-dichlórfenoxy-maslovú kyselinu (2,4-DP); 2-(2,4-dichlórfenoxy)propiónovú kyselinu (2,4-DP); 2,4,5-trichlórfenoxyoctovú kyselinu (2,4,5-T); 2-(2,4,5-trichlórfenoxy)propiónovú kyselinu; 4-chlór-2-metylfenoxyoctovú kyselinu (MCPA); 2-(4-chlór-2-metylfenoxy)propiónovú kyselinu (MCPP); 4-(4-chlór-2-metylfenoxy)maslovú kyselinu (MCPD); 2-[4-(2',4'-dichlórfenoxy)fenoxy]propánovú kyselinu; a podobne. Príklady vhodných herbicídne účinných pyridínkarboxylových kyselín zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, 4-amino-3,5,6-trichlórpikolínovú kyselinu (picloram); 3,5,6-trichlór-2-pyridinyloxyoctovú kyselinu (triclopyr); clopyralid; triclopyr; a podobne. Príklady vhodných herbicídne účinných chinolínkarboxylových kyselín zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, quinclorac; quinmerac; a podobne. Výhodnou karboxylovou kyselinou je dicamba.

Pretože karboxylové kyseliny sa používajú v roztopenej forme, kyseliny nemusia byť rozpustné vo vode. Roztopená karboxylová kyselina teda v podstate neobsahuje vodu, čím sa znižuje množstvo vody, ktoré sa musí odstrániť pri sušení soli. Toto zase môže poskytovať úspory vynaložených nákladov, z toho dôvodu, že sa vyžaduje nižšie množstvo energie na sušenie solí karboxylových kyselín. Navyše, voda, ktorá sa vytvára pri reakcii, sa vyparuje v miešačke 14, takže teplota v miešačke a teplo produkované neutralizačnou reakciou taktiež znižujú rozsah sušenia, ktoré je potrebné. Termín "karboxylové kyseliny v podstate bez obsahu vody", tak ako sa tu používa, sa vzťahuje na karboxylové kyseliny v roztopenej forme a znamená obsah vody menej ako približne 10 percent hmotnostných, výhodne menej ako približne 2 percentá hmotnostné.

Vhodné alkalické zlúčeniny zahrňujú zlúčeniny obsahujúce alkalické kovy a zlúčeniny obsahujúce amónium, ktoré sú známe z doterajšieho stavu techniky. Príklady využiteľných zlúčenín obsahujúcich alkalické kovy zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, hydroxid sodný, hydroxid draselný, uhličitan draselný, uhličitan sodný, hydrogenuhličitan draselný, hydrogenuhličitan sodný, ich kombinácie a

podobne. Výhodne sa ako alkalická zlúčenina používa hydroxid sodný alebo roztok hydrogenuhličitanu sodného a predovšetkým výhodným je vodný roztok hydroxidu sodného.

V spôsobe podľa predloženého vynálezu sa dávkové pomery roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny výhodne regulujú tak, aby alkalická zlúčenina, vstupujúca do miešačky 14, v podstate neutralizovala karboxylovú kyselinu. Stupeň regulácie roztopenej karboxylovej kyseliny a nadávkovanej alkalickej zlúčeniny bude závisieť od dávkovacieho zariadenia použitého na dávkovanie reaktantov do miešačky, od variácie koncentrácie dávkovaných reaktantov, od titračných kriviek pre kyselinu a od ďalších faktorov podľa doterajšieho stavu techniky. Typicky, mólové množstvo alkalickej zlúčeniny dávkovanej do miešačky predstavuje rozdiel plus mínus približne 1 %, a výhodne rozdiel plus mínus 0,6 %, z mólového množstva postačujúceho na neutralizovanie karboxylovej kyseliny dávkovanej do miešačky. Množstvo alkalickej zlúčeniny a presnosť rozsahu dávkovania alkalickej zlúčeniny postačujúcej na to neutralizovanie karboxylovej kyseliny v rozsahu požadovaných pH limitov sa môže stanoviť s použitím titračných metód, ktoré sú dobre známe z doterajšieho stavu techniky. Vo výhodnom uskutočnení podľa predloženého vynálezu, pri ktorom sa použili roztopená dicamba a hydroxid sodný, sa tieto zložky vložia do miešačky 14 v mólovom pomere 1 : 0,97 +/- 0,6 %, t.j., 1 : 0,964 až 1 : 0,976. Prihlasovatelia zistili, že regulácia pomerov dávkovania dicamby a hydroxidu sodného v rámci tohto rozsahu poskytuje úžitok pri produkcii dicambátu sodného, ktorý má vhodne hodnotu pH medzi približne 7 a približne 9, keď sa rozpustí vo vode.

Z tohto hľadiska, ako je zobrazené na obrázku 1, pomer roztopenej nadávkovanej karboxylovej kyseliny a nadávkovanej alkalickej zlúčeniny sa môže presne regulovať s použitím regulátorov dávkovania (alebo meracieho zariadenia) 20 a 22. Regulátormi dávkovania 20 a 22 môžu byť akékoľvek z typov zariadení, ktoré sú známe z doterajšieho stavu techniky ako využiteľné na regulovanie prietoku prúdu dávkovania. Príklady regulátorov dávkovania zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, Coriolisove prietokomery, zubové dávkovacie čerpadlá, piestové dávkovacie čerpadlá, peristaltické čerpadlá, membránové čerpadlá, progresívne dutinové čerpadlá a podobne. Tieto čerpadlá sú známe z doterajšieho stavu

techniky a sú komerčne dostupné. Výhodne sa používajú Coriolisove prietokomery komunikujúce s regulačným systémom, ktorý udržiava pomer roztopenej dávkovanej karboxylovej kyseliny a dávkovanej alkalickej zlúčeniny.

Karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina sa dávkujú do miešačky 14, ako je opísané vyššie. Rýchlosť dávkovania prúdu každej karboxylovej kyseliny a prúdu alkalickej zlúčeniny môže varírovať do tej miery, pokiaľ sa mólové množstvá alebo mólové pomery udržiavajú v rámci požadovaného rozsahu. Inými slovami, karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina sa typicky dávkujú do miešačky 14 tak, že alkalická zlúčenina predstavuje vhodne rozdiel plus mínus približne 1 %, a výhodne rozdiel plus mínus 0,6 %, z mólového množstva postačujúceho na neutralizovanie karboxylovej kyseliny.

Typicky sa reakčné činidlá udržiavajú v miešačke 14 počas postačujúcej doby a pri podmienkach postačujúcich na zmiešanie reakčných činidiel, tak aby sa umožnilo začatie reakcie a vytvorenie paste podobného materiálu. Pretože neutralizačná reakcia sa vo všeobecnosti uskutočňuje rýchlo, väčšina, ak nie celá, neutralizačná reakcia sa môže uskutočňovať v miešačke 14. Podmienky v miešačke 14 môžu varírovať, v závislosti od použitých materiálov, pripraveného produktu, reakčných teplôt, doby zotrvania, rýchlosti produkcie a použitého zariadenia. Napríklad, doba zotrvania karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny v miešačke 14 sa zvolí tak, aby sa zabezpečilo zmiešanie a reakcia reakčných činidiel, a typicky je v rozsahu od približne 1 do asi 10 minút, výhodne od približne 2 do asi 3 minút. Výhodne sa teplota udržiava nižšia, ako je teplota rozkladu produktu soli a teplota rozkladu nezreagovanej kyseliny. Napríklad, ak sa použije dicamba, teplota v miešačke 14 sa výhodne udržiava v rozsahu od približne 90 °C do asi 130 °C, predovšetkým výhodne od približne 100 °C do asi 105 °C. Pokiaľ ide o tlak, podmienky v miešačke 14 sa môžu taktiež meniť, hoci typicky sa môžu použiť relatívne nízke tlaky. Tlak môže byť v rozsahu od približne úplného vákua do asi 100 psig ad výhodne od približne 0 psig do asi 25 psig.

Ako je znázornené na obrázku 1, v jednom výhodnom uskutočnení predloženého vynálezu je miešačkou 14 extrudér závitovkového typu, hoci sa môžu použiť tiež iné miešacie zariadenia, ktoré sú známe z doterajšieho stavu techniky. Príklady miešacích zariadení, ktoré sa môžu použiť pri spôsobe podľa

predloženého vynálezu zahrňujú, ale nie sú obmedzené na, jednoduché závitovkové extrudéry, planetárne závitovkové extrudéry, dvojzávitovkové ko-rotačné extrudéry, dvojzávitovkové proti-rotačné extrudéry, zmiešavacie extrudéry, súosové závitovkové miešačky/extrudéry, vratné závitovkové miesiace stroje/extrudéry, dvojrotorové kontinuálne zmiešavacie extrudéry, dvojstupňové miešačky/extrudéry, tanierové extrudéry, pretláčacie miešačky, strihové čerpadlá a podobne.

Soľ karboxylovej kyseliny, vytvorená pri reakcii, a zvyšková karboxylová kyselina a alkalická zlúčenina sa nasmerujú z miešačky 14 do vhodnej sušiarne, ktorá je na obrázku 1 všeobecne označená ako 30. Ako je znázornené na obrázku 1, miešačka 14 a sušiareň 30 sú separátnymi jednotkami. Hoci obrázok 1 znázorňuje krok predzmiešavania s použitím miešačky 14, prúdy roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny sa môžu dávkovať priamo do sušiarne 30, bez kroku predzmiešavania, pokiaľ sušiareň zabezpečuje zmiešanie reakčných činidiel. Avšak pre lepkavé materiály, ktoré sa prilepia na povrchy sušiarne, ako je napríklad dicambát sodný, sa neočakávane zistilo, že miešačka 14 sa môže využiť na zmiešavanie reaktantov potrebných na získanie solí karboxylových kyselín zo sušiarne 30, pričom tieto majú vhodné pH. Zistilo sa, že ak sa miešačka 14 v takýchto situáciách nepoužije, dokonca i keď produkt má v priemere požadovanú hodnotu pH, táto hodnota pH produktu je nevhodne nekonzistentná. Predovšetkým častice solí, vytvorené reakciou, nie sú úplne zreagované, pričom vonkajšia časť častice je zreagovaná a vnútorná časť častice je nezreagovaná. Dôsledkom toho je, že vzorky dicambátu sodného, získané zo sušiarne 30, môžu varírovať, pokiaľ ide o hodnotu pH, medzi pH 5 a pH 11.

Ako je uvedené vyššie, vodná para sa odvetráva z miešačky 14 ako dôsledok teploty miešačky a tepla produkovaného neutralizačnou reakciou. Preto prepojenie medzi miešačkou 14 a sušiarňou 30 výhodne umožňuje prechod vodnej pary z miešačky do sušiarne, čím sa zabraňuje vytváraniu tlaku v miešačke a teplota reakčného produktu sa udržiava približne na teplote odvetrávania (100 °C). Alternatívne, miešačka 14 môže obsahovať prostriedky na odvádzanie vodnej pary.

Pri spôsobe podľa predloženého vynálezu sa môžu použiť rozličné sušiarne, ktoré sú známe z doterajšieho stavu techniky. Vhodné, komerčne dostupné sušiarne, zahrňujú napríklad, vákuové sušiarne s prerušovaným chodom, dvojvalcové sušiarne, tenkovrstvové sušiarne, rýchlosušiarne, bubnové sušiarne, spinové rýchlosušiarne, sušiarne s fluidným lôžkom a podobne. Výhodne, pri výrobe dicambátu sodného alebo iných lepkavých alebo silne priľnavých solí karboxylových kyselín, je sušiareň 30 samočistiaca, aby sa cez sušiareň zabezpečil posuv všetkých solí, ktoré sa tvoria na vnútorných stenách sušiarne.

Ako je znázornené na obrázku 1, sušiareň 30, použitá vo výhodnom uskutočnení podľa tohto vynálezu, môže byť horizontálnou valcovitou nádobou. Sušiareň môže byť vybavená s vnútorným vyhrievacím plášťom (ktorý sa môže vyhrievať s použitím pary, horúceho oleja a podobne). Navyše, sušiareň 30 môže obsahovať centrálny axiálny rotujúci hriadeľ 32 naplnený s väčším množstvom radiálne namontovaných zmiešavacích lopatiek 34. Hoci je na obrázku sušiareň 30 znázornená jedným rotujúcim hriadeľom, môže mať tiež dva alebo viac ko-rotujúcich alebo proti-rotujúcich hriadeľov. Sušiareň 30 môže tiež obsahovať prídavné zmiešavacie alebo miesiace elementy. Napríklad sušiareň 30 môže ďalej obsahovať väčšie množstvo stacionárnych elementov upevnených k vnútornej stene sušiarne a schopných premiešavania s rotujúcimi zmiešavacími lopatkami 34, aby sa zabezpečilo dobré zmiešanie reagentov. Hriadeľ a stacionárne elementy môžu byť tiež duté, aby sa v sušiarni 30 zvýšila plocha vyhrievaného povrchu. Sušiarne 30 výhodne umožňujú vhodné spracovanie alebo zmiešanie vo všeobecnosti pastovitých, lepkavých alebo viskóznych materiálov, predovšetkým takých materiálov, ako je dicambát sodný, ktoré silne priľnú k vnútorným povrchom, spekajú sa alebo tvoria kôru na vnútorných povrchoch (napríklad povrchoch na prenos tepla) sušiarne. Takéto sušiarne sú známe z doterajšieho stavu techniky a sú komerčne dostupné, napríklad od spoločnosti LIST Inc. v Acton, MA a sú opísané napríklad v amerických patentových dokumentoch US 4,824,257; US 4,826,324; US 4,650,338; US 4,889,431; US 4,941,130; US 4,950,081; US 5,121,992; US 5,147,135; US 5,407,266; US 5,823,674; US 5,934,801 a US 6,039,469.

Jenou z metód na stanovenie, či sa soľ karboxylovej kyseliny bude spekať alebo tvoriť kôru na vnútorných povrchoch sušiarne je umiestnenie vlhkej soli karboxylovej kyseliny v kadičkách z nehrdzavejúcej ocele, zaťaženie soli hmotnosťou a jej stlačenie a potom sušenie roztoku soli karboxylovej kyseliny pri teplote a tlaku, pri ktorom pracuje sušiareň. Kadička sa potom preklopí, aby sa stanovilo, či sa na kadičke vytvorila kôra. Ak sa suchá soľ karboxylovej kyseliny prilepila ku kadičke, potom soľ karboxylovej kyseliny bude tvoriť kôru na sušiarni a výhodne by sa mala použiť samočistiaca sušiareň. Ak sa samočistiaca nepoužije, potom by sušiareň mala výhodne pracovať pri teplote nižšej, ako je teplota, pri ktorej sa na kadičke tvorí kôra. Napríklad, ak sa soľ testuje pri rozličných teplotách a kôra sa tvorí pri teplote 90 °C ale nie pri teplote 85 °C, potom sa samočistiaca sušiareň výhodne použije pri teplotách sušenia 90 °C alebo pri vyššej teplote a iné sušiarne sa môžu použiť pri teplotách sušenia 85 °C alebo pri nižších teplotách.

Sušiareň 30 pracuje pri podmienkach, ktoré uľahčujú odstránenie vody a ďalších rozpúšťadiel zo solí karboxylových kyselín za získania suchých častíc soli karboxylovej kyseliny. Podobne ako pri podmienkach miešačky 14, ako je rozdiskutované vyššie, podmienky v sušiarni 30 môžu varírovať, v závislosti od použitých materiálov, pripraveného produktu, reakčnej teploty, doby zotrvania, rýchlosti produkcie a použitého zariadenia. Sušiareň 30 sa udržiava pri teplote nad teplotou vyparovania vody a akýchkoľvek ďalších rozpúšťadiel použitých v procese, ale pod teplotou rozkladu produktu, soli karboxylovej kyseliny. Napríklad, ak je karboxylovou kyselinou dicamba, teplota sušiarne 30 môže byť v rozsahu od približne 110 °C do asi 190 °C, a výhodne predstavuje približne 160 °C. Teplotné rozsahy môže odborník skúsený v odbore ľahko stanoviť, a budú varírovať v závislosti od premenných, ako je typ použitého rozpúšťadla, teploty rozkladu a podobne. Ako je uvedené vyššie, sušiareň 30 môže byť vybavená vonkajším vyhrievacím plášťom, ktorý je vhodný na ohrev sušiarne s použitím pary, horúceho oleja, a podobne. Vo všeobecnosti, pre soľ, ktorá sa má vyrábať v použiteľnej forme, sa voda z reakčnej zmesi (ako aj voda alebo iné rozpúšťadlá, ktoré sa zaviedli do reakčnej zmesi) musí odstrániť.

Podľa výhodného uskutočnenia predloženého vynálezu, prihlasovatelia zistili, že teplo z neutralizácie, predovšetkým ak sa neutralizujú silné kyseliny, ako

je dicamba, môže napomáhať pri sušení reakčného produktu a odstraňovaní vody, produkovanej pri neutralizačnej reakcii. Odborníci v odbore si budú vedomí toho, že reakcia roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny je exotermnou acido-bázickou neutralizačnou reakciou, pri ktorej alkalická zlúčenina konvertuje roztopenú karboxylovú kyselinu na soľ karboxylovej kyseliny a vodu. Udržiavanie tepla neutralizácie v procese zase môže poskytnúť výhody pri spracovaní, tým že sa zníži energia požadovaná na ohrev sušiarne 30. V predloženom vynáleze sa teda miešačka 14 a sušiareň 30 výhodne izolujú tak, aby sa teplo neutralizačnej reakcie v podstate udržiavalo v reakčnom produkte.

Tlak sušiarne 30 môže varírovať a vo všeobecnosti sa udržiava na hodnote tlaku prostredia, hoci sušiareň môže byť tiež pod vákuom, aby sa uľahčilo sušenie. Typicky môže tlak sušiarne 30 byť v rozsahu od približne úplného vákua do asi 100 psig, a výhodne od približne 0 psig do asi 25 psig.

Časy zotrvania v sušiarni 30 sú vo všeobecnosti postačujúce na v podstate kompletnú reakciu karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny, podľa potreby, a na odstránenie vody a ďalších rozpúšťadiel, aby sa získali suché častice solí karboxylových kyselín. Časy zotrvania môžu varírovať a typicky sú v rozsahu od približne 5 do asi 60 minút, a výhodne od približne 10 do asi 30 minút.

Hoci to nie je nevyhnutne potrebné, sušiareň 30 sa môže kontinuálne alebo občasne preplachovať alebo prečisťovať s inertným plynom, ako je dusík. Tento sa môže pridávať pri sušení reakčného produktu. Okrem toho sa sušiareň 30 môže prispôsobiť na nainštalovanie vhodných monitorovacích zariadení, na monitorovanie teploty, tlaku a podobne, vo vnútri sušiarne, ako sú indikátory teploty 36, znázornené na obrázku 1.

Ako je znázornené na obrázku 1, sušiareň môže tiež obsahovať vrchný zberný systém 38, ktorý obsahuje prachový filter na zachytávanie prachu a ďalších vedľajších produktov, ktoré sa vytvárajú pri reakcii a ktoré vystupujú zo sušiarne, a chladič na kondenzovanie vodnej pary odchádzajúcej prostredníctvom tepla v reaktore. Prach, vodná para a ďalšie vedľajšie produkty sa môžu po výstupe ďalej upravovať a likvidovať s použitím vhodných metód, ktoré sú známe z doterajšieho stavu techniky. Indikátory tlaku a teploty, ako je indikátor tlaku 40 a indikátor teploty

42, môžu byť prítomné, aby sa monitoroval a reguloval tlak a teplota na prachovom filtri. Prachový filter sa taktiež môže kontinuálne alebo občasne preplachovať inertným plynom, ako je ukázané na 44.

Výsledné suché častice solí karboxylových kyselín sa potom môžu odvádzať zo sušiarne 30 do vhodného skladovacieho zásobníka 46, alebo sa soľ môže odvádzať ďalej na ďalšie spracovanie a balenie. Ako je uvedené vyššie, soli karboxylových kyselín podľa predloženého vynálezu sa jednotne produkujú pri požadovanej hodnote pH a nevyžadujú zmiešavanie alebo použitie pufrov na vytvorenie požadovanej hodnoty pH. Soli karboxylových kyselín vyrábané spôsobom podľa predloženého vynálezu sa teda môžu okamžite baliť transportovať na použitie. Napríklad dicambát sodný, vyrobený spôsobom podľa výhodného uskutočnenia predloženého vynálezu, má jednotné pH medzi približne 7 a asi 9, pri rozpustení vo vode, bez toho aby sa vyžadovalo zmiešavanie solí alebo pufrovanie solí, aby sa dosiahla jednotná požadovaná hodnota pH.

Len čo sa vysušené častice solí karboxylových kyselín vyrobia, môžu sa k časticiam pridať prípadne ďalšie zložky, ako sú činidlá zmäkčujúce vodu alebo povrchovo aktívne činidlá. Navyše, častice solí sa môžu zomlieť a/alebo sa preosiať, aby sa poskytla herbicídna kompozícia soli, ktorá má požadovaný rozsah veľkosti častíc (typicky s priemerom v rozsahu od približne 25 mikrónov do asi 5000 mikrónov).

Soli pripravené spôsobom podľa predloženého vynálezu môžu vykazovať ďalšie výhodné fyzikálne vlastnosti, ako je nižší obsah vody, schopnosť tečenia, veľkosť častíc, hustota, prašnosť a podobne. Vo všeobecnosti, soli obsahujú menej ako približne 5 % hmotnostných vody a výhodne menej ako približne 1 % hmotnostné vody. Okrem toho, kompozícia soli je v zásade úplne rozpustná vo vode, bez miešania, pričom sa získa roztok herbicídnej soli, pripravenej na okamžité použitie.

Predložený vynález bude v ďalšom opísaný s použitím nasledujúceho nelimitujúceho príkladu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad

Kyselina dicamba, (2-metoxy-3,6-dichlórbenzoová kyselina) sa roztopila, pričom sa teplota plášťa udržiavala na teplote nie vyššej ako 110 °C až 115 °C. Roztopená kyselina sa prečerpala do sušiarne alebo do dvojzávitovkového extrudéra, ktorým sa zásobovala sušiareň. Hydroxid sodný, 50 %-ný, (žieravina) sa nadávkoval z ďalšieho dávkovacieho zásobníka, podľa stupnice. Dve zložky sa dodávali pri regulovaných rýchlostiach prostredníctvom piestového dávkovacieho čerpadla (kyselina) a presného peristaltického čerpadla (žieravina). Po spojení vytvorili pastu. Kyselinová linka sa elektricky vyhrievala, aby sa v podávacej linke udržiavala teplota približne 105 °C až 115 °C. Pasta sa vysušila v sušiarni buď vo vákuu alebo pri atmosferickom tlaku, s použitím plášťa s horúcim olejom. Do sušiarne sa nadávkoval slabý prúd dusíka. hlavové frakcie sa kondenzovali s použitím vodného chladiča a kvapalinového kruhového vákuového čerpadla. Produkt sa zachytil v zásobníku skonštruovanom tak, aby pracoval pri atmosferickom tlaku alebo za vákua.

Použitá dicamba sa titrovala s NaOH použitom v pilotnom teste. Tieto výsledky potvrdili laboratórnu titráciu s použitím KOH. Krivka KOH ukázala, že spotreba bola 28,87 ml pre pH 7,0 a 29,27 ml pre pH 9,0. Titrácie preukázali, že je potrebné použiť hmotnostný pomer (zásada/kyselina) približne 0,35 pre pH v rozsahu 7 až 9. Toto zodpovedá použitému mólovému pomeru (zásada/kyselina) 0,965 z teoretickej hodnoty.

Je potrebné si uvedomiť, že po prečítaní vyššie uvedeného opisu spôsobu podľa predloženého vynálezu a prezretí priloženého nákresu, by mohol odborník skúsený v odbore uskutočniť zmeny a variácie toho spôsobu. Tieto zmeny a variácie spadajú do podstaty vynálezu a do rozsahu nasledujúcich pripojených patentových nárokov.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Spôsob výroby suchej soli alkalického kovu alebo suchej amónnej soli karboxylovej kyseliny, vyznačujúci sa tým, že zahrňuje kroky

dávkovania do miešačky roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny obsahujúcej alkalický kov alebo amónium v roztoku;

reakciu roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny obsahujúcej alkalický kov alebo amónium za vzniku soli alkalického kovu alebo amónnej soli karboxylovej kyseliny tak, že karboxylová kyselina sa v skutočnosti neutralizuje;

premiestnenie soli karboxylovej kyseliny a zvyškovej karboxylovej kyseliny alebo alkalickej zlúčeniny do sušiarne;

odstránenie vody zo soli alkalickej zlúčeniny z amónnej soli karboxylovej kyseliny v sušiarni za vzniku častíc suchej soli alkalického kovu alebo suchej amónnej soli karboxylovej kyseliny; a

zachytenie častíc suchej soli alkalického kovu alebo suchej amónnej soli karboxylovej kyseliny.

2. Spôsob podľa nároku 1, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok dávkovania zahrňuje dávkovanie roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny v roztoku do miešačky tak, že alkalická zlúčenina sa vhodne dávkuje do miešačky v množstve, s rozdielom plus mínus približne 1 % z mólového množstva postačujúceho na neutralizovanie karboxylovej kyseliny dávkovanej do miešačky.

3. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 2, vyznačujúci sa tým, že uvedený reakčný krok zahrňuje reakciu roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny obsahujúce alkalický kov alebo amónium tak, že po uvedenom reakčnom kroku zostáva množstvo menej ako približne 1 % karboxylovej kyseliny dávkovanej do miešačky.

4. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 3, vyznačujúci sa tým, že karboxylová kyselina sa neutralizuje v jednom reakčnom kroku.

5. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 4, vyznačujúci sa tým, že najmenej časť reakčného kroku sa uskutočňuje v miešačke.

6. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 5, vyznačujúci sa tým, že v podstate celý reakčný krok sa uskutočňuje v miešačke tak, že menej ako približne 1 % z karboxylovej kyseliny nadávkovanej do miešačky sa premiestni do sušiarne.

7. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 6, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok dávkovania roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny v roztoku do miešačky zahrňuje

dávkovanie roztopenej karboxylovej kyseliny do miešačky; a

dávkovanie alkalickej zlúčeniny obsahujúcej alkalický kov alebo amónium v roztoku do miešačky v množstve s rozdielom plus mínus približne 1 % z mólového množstva postačujúceho na neutralizovanie karboxylovej kyseliny.

8. Spôsob podľa nároku 7, vyznačujúci sa tým, že uvedené kroky dávkovania zahrňujú dávkovanie roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny obsahujúcej alkalický kov alebo amónium v roztoku do miešačky tak, že množstvo alkalickej zlúčeniny nadávkovanej miešačky prestavuje vhodne rozdiel plus mínus približne 1 % z mólového množstva postačujúceho na neutralizovanie karboxylovej kyseliny nadávkovanej do miešačky.

9. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 8, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok dávkovania zahrňuje zmiešanie roztopenej karboxylovej kyseliny, ktorá v podstate neobsahuje vodu, s uvedenou alkalickou zlúčeninou.

10. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 9, vyznačujúci sa tým, že karboxylová kyselina je zvolená zo skupiny zahrňujúcej herbicídne účinné kyseliny benzoové, herbicídne účinné kyseliny fenoxykarboxylové, herbicídne účinné kyseliny pyridínkarboxylové a herbicídne účinné kyseliny chinolínkarboxylové.

11. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 10, vyznačujúci sa tým, že uvedenou karboxylovou kyselinou je dicamba.

12. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 11, vyznačujúci sa tým, že uvedenou alkalickou zlúčeninou obsahujúcou alkalický kov alebo amónium je hydroxid sodný, hydrogenuhličitan sodný alebo ich zmes.

13. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 12, vyznačujúci sa tým, že uvedené kroky spôsobu sčasti pozostávajú z kontinuálneho procesu prípravy soli karboxylovej kyseliny.

14. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 13, vyznačujúci sa tým, že uvedený reakčný krok zahrňuje reakciu roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny v izolovanej miešačke, pričom sa produkuje teplo z neutralizácie a uvedený krok odstraňovania zahrňuje udržiavanie najmenej časti tepla z neutralizácie v miešačke a následne v sušiarni, ktoré napomáha pri odstraňovaní vody zo soli karboxylovej kyseliny.

15. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 14, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok odstraňovania zahrňuje odstránenie vody zo soli karboxylovej kyseliny tak, že v suchých soliach karboxylových kyselín zostáva menej ako 5 % hmotnostných vody.

16. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 15, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok odstraňovania zahrňuje zahrievanie sušiarne, pričom sa produkujú častice suchých solí karboxylových kyselín.

17. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 16, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok odstraňovania zahrňuje sušenie soli karboxylovej kyseliny vo vákuu.

18. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 17, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok odstraňovania zahrňuje vytvorenie dusíkovej atmosféry v sušiarni, ktorá napomáha vysušeniu soli karboxylovej kyseliny.

19. Spôsob podľa niektorého z nárokov 1 až 18, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok dávkovania zahrňuje dávkovanie roztopenej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny v roztoku tak, že reagujú za vzniku pastovitého, lepkavého materiálu, ktorý priľne na vnútorné povrchy sušiarne.

20. Spôsob podľa nároku 19, vyznačujúci sa tým, že uvedený krok premiestnenia zahrňuje premiestnenie soli karboxylovej kyseliny a zostávajúcej karboxylovej kyseliny a alkalickej zlúčeniny do sušiarne, ktorá je samočistiaca, pričom sa zamedzuje adhézii soli karboxylovej kyseliny k vnútorným stenám sušiarne.

21. Spôsob prípravy dicambátu sodného podľa niektorého z nárokov 1 až 20, vyznačujúci sa tým, že zahrňuje kroky

nadávkovania do miešačky roztopenej dicamby a roztoku alkalickej sodnej zlúčeniny, zvolenej z hydroxidu sodného, hydrogenuhličitanu sodného a ich zmesi, v mólovom pomere 1 : 0,97 +/- 0,6 %; zmiešania roztopenej dicamby a roztoku alkalickej sodnej zlúčeniny v miešačke;

reakciu roztopenej dicamby a alkalickej sodnej zlúčeniny za vzniku dicambátu sodného;

premiestnenie dicambátu sodného a zostávajúcej dicamby a alkalickej sodnej zlúčeniny do sušiarne;

odstránenie vody z dicambátu sodného za vzniku častíc suchého dicambátu sodného; a

zachytenie častíc suchého dicambátu sodného, pričom uvedené častice suchého dicambátu sodného majú pri rozpustení vo vode vhodne hodnotu pH medzi približne 7 a približne 9.

22. Spôsob prípravy dicambátu sodného podľa niektorého z nárokov 1 až 21, vyznačujúci sa tým, že zahrňuje kroky

nadávkovania roztopenej dicamby, ktorá v podstate neobsahuje vodu do miešačky;

nadávkovania vodného roztoku hydroxidu sodného do miešačky, pričom uvedená roztopená dicamba a hydroxid sodný sa dávkujú do miešačky pri v podstate konštantnom mólovom pomere medzi 1 : 0,964 až 1 : 0,976;

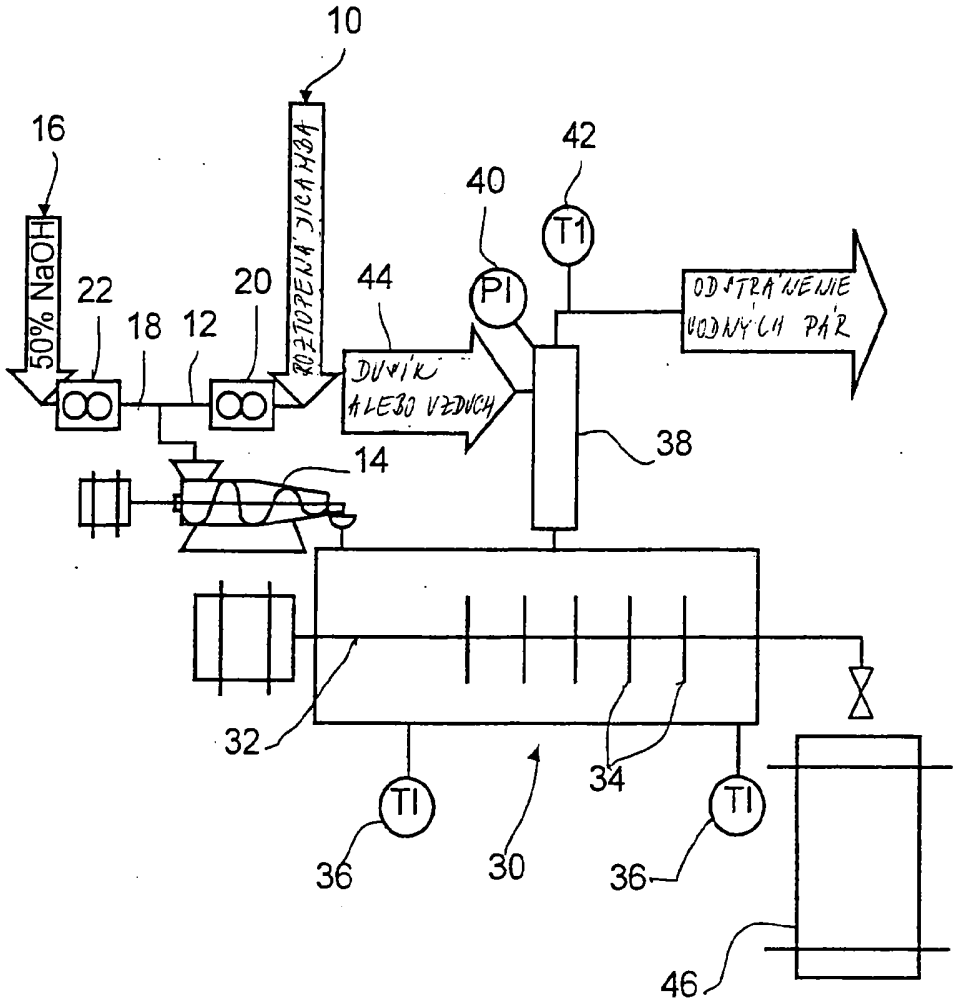
zmiešanie roztopenej dicamby a vodného hydroxidu sodného za vzniku zmesi; a

reakciu roztopenej dicamby a hydroxidu sodného za vzniku dicambátu sodného;

sušenie dicambátu sodného za vzniku častíc suchého dicambátu sodného; a

zachytenie častíc suchého dicambátu sodného, pričom uvedené častice suchého dicambátu sodného majú pri rozpustení vo vode vhodne hodnotu pH medzi približne 7 a približne 9.

PP481-2013



OBR. 1