



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 316 554**

51 Int. Cl.:
A01N 57/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02721815 .5**

96 Fecha de presentación : **22.04.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1381278**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.01.2004**

54 Título: **Composiciones de glifosato amónico y procedimiento para su preparación.**

30 Prioridad: **23.04.2001 US 285731 P**
15.04.2002 US 122806

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2009

73 Titular/es: **Monsanto Technology L.L.C.**
800 North Lindbergh Boulevard
St. Louis, Missouri 63167, US

72 Inventor/es: **Massman, Brent, D.;**
Wang, John, T. y
Campbell, Dwane, H.

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 316 554 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

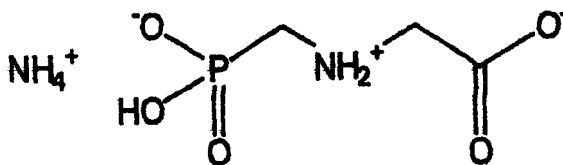
Composiciones de glifosato amónico y procedimiento para su preparación.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a la preparación de una formulación herbicida útil en agricultura y en otras situaciones en las que se desea combatir las malas hierbas u otra vegetación. En particular se refiere a un procedimiento para preparar una composición herbicida que contiene como ingrediente activo N-fosfonometilglicina (glifosato) en forma de su sal amónica. De acuerdo con el procedimiento de la presente invención, se hacen reaccionar ácido glifosato en partículas, amoníaco y agua para formar una pasta de glifosato amónico y, como parte del procedimiento, a la mezcla de reacción se añade un tensioactivo para aumentar la velocidad de reacción e intensificar las propiedades físicas del producto resultante.

15 Antecedentes de la invención

Los herbicidas de glifosato, especialmente los herbicidas que contienen una sal de glifosato soluble en agua, son bien conocidos. La sal monoamónica de glifosato se describe como herbicida útil en, por ejemplo, la patente U.S. n.º 4.405.531, expedida a Franz. A no ser que el contexto demande lo contrario, "glifosato amónico" se refiere en esta memoria a la sal monoamónica de glifosato, que tiene la fórmula química



El glifosato amónico se puede producir en forma granular por un procedimiento continuo en el que el ácido glifosato se mezcla íntimamente con amoníaco. Por ejemplo, la patente U.S. n.º 5.070.197, expedida a Chin y otros, describe un procedimiento continuo en el que un ácido de Bronsted se mezcla con una base de Bronsted en una extrusora para producir una sal. Chin y otros mencionan el ácido glifosato como uno de los potenciales ácidos de Bronsted que se pueden usar y el amoníaco como una de las bases potenciales que se pueden usar. De acuerdo con Chin y otros, la reacción se puede realizar como reacción en estado sólido esencialmente sin añadir un "disolvente foráneo" tal como agua, aunque se señala que opcionalmente se puede añadir una pequeña cantidad de agua (usualmente aproximadamente 4% en peso) corriente arriba para "lubricación inicial". Se dice que en la extrusora tiene lugar una reacción formándose una sal seca que se extruye para formar gránulos.

El glifosato amónico es particularmente útil, empero, en la preparación de formulaciones herbicidas de glifosato seco que contienen uno o varios tensioactivos además de la sal de glifosato. Los tensioactivos son componentes importantes de las formulaciones de glifosato porque, cuando se diluye, disuelve o dispersa en agua una formulación de glifosato para aplicarla por pulverización al follaje de plantas, los tensioactivos intensifican la eficacia herbicida de la pulverización de glifosato por ayudar a: (1) la retención por el follaje de gotitas de la pulverización; (2) la adherencia de las gotitas de la pulverización a la superficie foliar, y (3) la penetración del glifosato a través de la cutícula hidrófoba que cubre la superficie foliar. Entre las formulaciones de glifosato amónico seco disponibles comercialmente que contienen uno o varios tensioactivos están incluidos, por ejemplo, los herbicidas Roundup® seco, Rondup® Max y Rival®, comercializados por Monsanto Company en varios países.

Los procedimientos para producir formulaciones de glifosato amónico seco típicamente requieren combinar uno o varios tensioactivos con una sal seca de glifosato amónico y granular la mezcla para formar gránulos de glifosato amónico seco que tienen la concentración de glifosato deseada. Se han descrito numerosos procedimientos de granulación que son adecuados para preparar gránulos de glifosato amónico con un tensioactivo líquido, solubles o dispersables en agua. Uno de tales procedimientos es la granulación en bandeja. Sin embargo, un procedimiento de granulación usado más ampliamente para las formulaciones de glifosato amónico seco es la granulación por extrusión. La patente británica 1 433 882 ("la patente '882") describe en general un procedimiento de granulación por extrusión y, típicamente, la granulación de formulaciones de glifosato amónico seco se realiza por un procedimiento similar excepto que el ingrediente activo principal, a saber, el glifosato amónico, es soluble en agua, y no insoluble en agua como acaece en la patente '882. En este procedimiento, el glifosato amónico se mezcla con el tensioactivo y una pequeña cantidad de agua para formar una mezcla húmeda extruible que se extruye luego para formar barras de extruido que se rompen espontáneamente en el punto de extrusión o poco después para formar gránulos cilíndricos cortos que luego se secan.

Típicamente, la cantidad deseada de tensioactivo para impartir la eficacia herbicida deseada puede ser de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1 parte en peso de tensioactivo por una parte de glifosato, expresada como equivalente de ácido (e.a.), dependiendo del tensioactivo particular usado. Las formulaciones de glifosato amónico que tienen una concentración tan alta de tensioactivo pueden ser difíciles de hacer, dependiendo del grado en que el tensioactivo es absorbido o adsorbido por el glifosato amónico. Esto es, frecuentemente, tales altas concentraciones de tensioactivo no son suficientemente absorbidas y/o adsorbidas por el glifosato amónico, lo que causa que la formulación resultante

sea pegajosa, tenga tendencia a formar una torta o carezca de buenas propiedades de vertido o deslizamiento. Así, las propiedades de capacidad de absorción y de adsorción de las partículas de glifosato amónico son especialmente importantes.

5 Se ha encontrado que el procedimiento por el que se prepara el glifosato amónico afecta a las propiedades absorbentes y adsorbentes de las partículas de glifosato amónico frente a un tensioactivo líquido. Recientemente se han descubierto procedimientos para producir un polvo de glifosato seco que tiene unas altas características absorbentes y/o adsorbentes, adecuadas para producir formulaciones de glifosato amónico que tienen una concentración alta de tensioactivo. Por ejemplo, en la patente U.S. n.º. 5.614.468 ("la patente '468"), Kramer y otros describen procedimientos en los que se hace reaccionar el ácido glifosato en partículas con amoníaco acuoso para producir un polvo de glifosato seco que tiene un contenido de humedad no mayor que aproximadamente 2% en peso de agua. Análogamente, en la patente U.S. n.º. 5.633.397 ("la patente '397"), Gillespie y otros describen un procedimiento para producir polvo de glifosato amónico, en el que se hace reaccionar el ácido glifosato en partículas con amoníaco anhidro gas para producir un polvo seco. Como se muestra en el Ejemplo 1 de la patente '397, por el procedimiento descrita en ella se puede producir un polvo seco que tiene una concentración de humedad de aproximadamente 1% en peso.

Tanto el procedimiento descrito en la patente '468 como el procedimiento descrito en la patente '397 producen un polvo de glifosato amónico seco capaz de absorber o adsorber altas concentraciones de tensioactivo. Sin embargo, los procedimientos de reacción en estado sólido en los que se suprime el contenido de agua para asegurar la formación de un producto seco pueden ser más difíciles de controlar que un procedimiento en el que se hacen reaccionar glifosato y amoníaco en medio acuoso. La naturaleza exotérmica de la reacción entre amoníaco y el ácido glifosato ocasiona que sea necesaria la disipación de calor, lo que puede presentar problemas. Puesto que típicamente los procesos en estado sólido presentan malas propiedades de transferencia de calor, la disipación de calor puede llegar a ser problemática.

25 En la solicitud de PCR n.º. WO 01/08492, Massman y otros describen un procedimiento para producir glifosato amónico que evita algunas de las dificultades encontradas en procedimientos que se realizan en un medio en estado sólido seco. Se cargan en un reactor ácido glifosato en partículas, amoníaco en forma de amoníaco anhidro gas o amoníaco acuoso y agua para formar una mezcla de reacción que tiene un contenido de humedad de aproximadamente 10% a aproximadamente 25% en peso. El ácido glifosato y el amoníaco reaccionan y se evapora una porción del agua para producir una pasta de glifosato amónico que se puede procesar corriente abajo, que tiene un contenido de humedad de aproximadamente 5% a aproximadamente 20% en peso. Luego se mezcla un tensioactivo con la pasta de glifosato amónico antes de la granulación por extrusión, en parte para acondicionar la pasta con el fin de que se pueda extruir pero, principalmente, para mejorar la eficacia herbicida de los gránulos finales de glifosato amónico. De acuerdo con Massmann y otros, la adición de tensioactivo antes o durante el proceso de reacción es perjudicial para el procedimiento; así, la cantidad total de tensioactivo se añade a la pasta de glifosato amónico después de finalizada la reacción y, preferiblemente, después de haberse enfriado la pasta de glifosato amónico a menos de 70°C.

Sumario de la invención

40 Entre los objetos de la presente invención está la provisión de un procedimiento continuo para preparar una pasta húmeda de glifosato amónico; la provisión de tal procedimiento en el que a la mezcla de reacción se añade un coadyuvante o varios para mejorar la velocidad de formación de la pasta de glifosato amónico y/o reducir la resistencia al deslizamiento de la mezcla de reacción; la provisión de un procedimiento así en el que seguidamente se añade una cantidad adicional de coadyuvante a la pasta de glifosato amónico para formar una mezcla de glifosato amónico extruible; la provisión de un procedimiento así en el que la mezcla extruible de glifosato amónico se extruye para formar gránulos de glifosato amónico; la provisión de un procedimiento mejorado para extruir glifosato amónico que tiene una capacidad de producción incrementada y, la provisión de un procedimiento así que requiere menos energía para extruir glifosato amónico.

50 En resumen, por tanto, la presente invención está dirigida a un procedimiento para preparar una pasta de glifosato amónico, que comprende mezclar en un reactor (i) ácido glifosato en partículas, (ii) amoníaco, (iii) agua y (iv) coadyuvante para formar una masa de reacción, en el que la cantidad total de agua añadida a la mezcla de reacción es de aproximadamente 10% a aproximadamente 25% en peso de la totalidad de ácido glifosato, amoníaco, agua y coadyuvante añadidos al reactor.

55 La presente invención está dirigida además a un procedimiento continuo para preparar una pasta de glifosato amónico, que comprende suministrar continuamente a un reactor (i) ácido glifosato en partículas, (ii) amoníaco, (iii) coadyuvante y (iv) agua, causando así una reacción del ácido glifosato y el amoníaco que genera calor que causa la evaporación parcial del agua, y que forma una pasta de glifosato que tiene un contenido de humedad de menos de aproximadamente 20% en peso. En una realización preferente, el contenido de humedad estará en un intervalo de aproximadamente 2% a aproximadamente 15% en peso.

65 La presente invención está dirigida además a un procedimiento continuo para preparar una composición herbicida, que comprende suministrar continuamente (i) ácido glifosato en partículas, (ii) amoníaco, (iii) coadyuvante y (iv) agua, para formar una masa de reacción en la que se forma glifosato amónico, siendo la cantidad del suministro de agua de aproximadamente 10% a aproximadamente 25% en peso de todos los materiales que se suministran al reactor. La reacción del ácido glifosato y el amoníaco genera calor causando la evaporación del agua de manera que el contenido de agua de la masa de reacción se reduce a de aproximadamente 2% a aproximadamente 10% para formar

una pasta de glifosato amónico. La masa de reacción se conduce continuamente a la zona de descarga del reactor como parte del procedimiento, el coadyuvante (i) aumenta la velocidad a la que el ácido glifosato y el amoniaco reaccionan para formar glifosato amónico y/o (ii) reduce la resistencia al deslizamiento de la masa de reacción a medida que está siendo conducida a la zona de descarga del reactor.

La presente invención está dirigida además a un procedimiento para preparar una composición herbicida seca, que comprende suministrar continuamente (i) ácido glifosato en partículas, (ii) amoniaco, (iii) coadyuvante y (iv) agua, para formar una masa de reacción en la que se forma glifosato amónico, en el que la cantidad del suministro de agua es de aproximadamente 10% a aproximadamente 25% en peso de la totalidad del ácido glifosato, amoniaco y agua añadida al reactor. El contenido de agua de la masa de reacción se reduce para formar una pasta de glifosato amónico usando el calor de la reacción del ácido glifosato y amoniaco para causar la evaporación de agua. Si la pasta de glifosato amónico tiene un contenido de humedad mayor que aproximadamente 15% en peso, se puede aplicar calor y/o vacío para reducir el contenido de humedad de la composición a de aproximadamente 2% a aproximadamente 15% en peso. A la pasta de glifosato amónico se añade un coadyuvante o varios en una relación ponderal de coadyuvante total a glifosato amónico de aproximadamente 1:20 a aproximadamente 1:2 para formar una mezcla extruible de glifosato amónico. La mezcla extruible de glifosato amónico se suministra continuamente a una extrusora que tiene un tamiz a través del cual se extruye el glifosato amónico para formar barras extruidas que se rompen para formar gránulos húmedos. Como parte del procedimiento, el coadyuvante (i) aumenta la velocidad a la que el ácido glifosato y el amoniaco reaccionan para formar glifosato amónico; (ii) reduce la resistencia al deslizamiento de la masa de reacción a medida que está siendo conducida a la zona de descarga del reactor, y/o (iii) reduce la resistencia al deslizamiento de la mezcla extruible del glifosato amónico. Los gránulos se pueden secar luego para producir una composición granular seca y/o procesar posteriormente para clasificar los gránulos a eliminar o los gránulos a reciclar, fragmentos de gránulos o agregados de gránulos de tamaños fuera de un intervalo de tamaño deseado.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 muestra un diagrama de flujo de un procedimiento de la invención para preparar una composición herbicida seca en gránulos.

Las Figuras 2 a 4 muestran vistas de un alimentador gravimétrico adecuado para suministrar una torta húmeda de ácido glifosato a una velocidad constante en el procedimiento de la invención.

Descripción detallada de la invención

De acuerdo con la presente invención se ha descubierto un procedimiento por el que se añaden a un reactor ácido glifosato en partículas, amoniaco en forma de amoniaco anhidro o amoniaco acuoso, agua y coadyuvante para formar una masa de reacción siendo la cantidad de agua añadida de aproximadamente 10% a aproximadamente 25% en peso de la cantidad de ácido glifosato, amoniaco, agua y coadyuvante combinados para formar la masa de reacción. Ventajosamente, el calor de la reacción de ácido glifosato y amoniaco causa la evaporación de agua, dando por resultado la formación de una pasta de glifosato amónico.

Sorprendentemente, se ha descubierto que la adición de un coadyuvante a la masa de reacción aumenta la velocidad de formación de la pasta de glifosato amónico, reduce la resistencia al deslizamiento de la pasta de glifosato amónico o ambos, proporcionando con ello un procedimiento que tiene una capacidad de producción mejorada y resultando una pasta de glifosato amónico “que se puede procesar corriente abajo” que tiene un contenido de humedad de aproximadamente 2% a aproximadamente 20% en peso. El término “que se puede procesar corriente abajo”, tal como se usa en esta memoria, significa que la pasta de glifosato amónico es fácilmente capaz, después de reducir el contenido de agua, si es necesario, a aproximadamente 2% a aproximadamente 15% en peso, de ser procesada mediante granulación por extrusión con un coadyuvante para formar una composición herbicida seca en gránulos que tiene una relación ponderal de coadyuvante a glifosato amónico de aproximadamente 1:20 a aproximadamente 1:2, preferiblemente de aproximadamente 1:9 a aproximadamente 1:2. Así, si se desea un producto granular, la pasta extruible de glifosato amónico se puede mezclar con coadyuvante adicional para formar una mezcla extruible de glifosato amónico que luego se puede extruir para formar una formulación granular de glifosato amónico que tiene una alta concentración de coadyuvante.

Aunque varias etapas del procedimiento se pueden realizar en régimen continuo o por lotes, se prefiere que algunas o todas las etapas se realicen en régimen continuo. En particular, se prefiere que la reacción de ácido glifosato y amoniaco se realice en un reactor continuo capaz de mezclar los componentes de reacción y conducir la masa de reacción a la descarga del reactor.

I. Formación de la pasta de glifosato amónico

Tomando como referencia la Fig. 1, el procedimiento de la presente invención se realiza suministrando ácido glifosato en partículas, amoniaco, agua y coadyuvante a un reactor y mezclando los componentes de reacción para formar una masa de reacción en la que el amoniaco reacciona con el ácido glifosato para formar un producto glifosato amónico que se puede procesar corriente abajo. El reactor puede ser cualquier aparato capaz de mezclar materiales sólidos y líquidos para producir una pasta o una composición comparable, tal como, por ejemplo, mezcladoras de productos alimentarios, mezcladoras planetarias, mezcladoras de cinta o amasadoras.

ES 2 316 554 T3

En una realización, el reactor comprende un eje rotatorio que tiene uno o varios elementos de tornillo coaxiales con el eje y que presentan una pluralidad de varillas y/o paletas dispuestas radialmente. Después de girar el eje, los elementos de tornillo de tal montaje causan el movimiento de la masa de glifosato amónico en una dirección paralela al eje, mientras que simultáneamente, los varillas y las paletas mezclan constantemente el glifosato amónico y crean una gran interfaz gas-sólido. Puede haber más de uno de esos ejes, dispuestos paralelamente entre sí, y que giran en la misma dirección o en direcciones opuestas.

Preferiblemente, los componentes de reacción se mezclan y el amoníaco y el ácido glifosato reaccionan en el reactor que tiene una cámara sustancialmente cerrada que tiene en el extremo de entrada una abertura adecuada para la introducción del ácido glifosato en partículas, que tiene un extremo de salida que tiene una abertura adecuada para descargar la composición de glifosato amónico, y que tiene entre los extremos de entrada y salida uno o más puertos adecuados para la introducción de amoníaco y agua. Opcionalmente puede haber puertos adicionales cerca del extremo de salida para el escape de vapor de agua y, si es necesario, de amoníaco en exceso.

En una realización, el aparato mezclador es un procesador continuo que comprende una cámara alargada que tiene uno o varios, preferiblemente uno o dos, ejes dispuestos rotatoriamente como se ha descrito antes, cada uno en un eje paralelo a la dimensión alargada de la cámara. El funcionamiento del aparato al girar los ejes produce: (i) el suministro del ácido glifosato a la cámara a través de la abertura del extremo de entrada; (ii) la mezcla de los ingredientes para formar una masa de reacción; (iii) el transporte de la masa de reacción y la composición de glifosato amónico resultante hacia el extremo de salida de la cámara, y (iv) la descarga del producto glifosato amónico desde la abertura del extremo de salida. A través de los puertos situados entre los extremos de entrada y salida se puede inyectar agua, coadyuvante y amoníaco. Preferiblemente, el agua y el coadyuvante se inyectan en el extremo de entrada o cerca de él, mientras que el amoníaco preferiblemente se inyecta a través de uno o varios puertos de inyección, estando situado cada puerto a una distancia suficiente del extremo de entrada para permitir una mezcladura suficiente del ácido glifosato, el agua y el coadyuvante antes de una exposición sustancial del ácido glifosato al amoníaco. En una realización, el agua y el coadyuvante se premezclan con el ácido glifosato antes de suministrar el ácido glifosato a la cámara de reacción, lo que permite inyectar el amoníaco a través de uno o más puertos situados en cualquier punto dentro de la cámara de reacción. Opcionalmente, entre el puerto de inyección de amoníaco y el extremo de salida puede haber uno o más puertos para purgar vapor de agua y/o exceso de amoníaco; sin embargo, generalmente se prefiere hacer tal purga sólo en el propio extremo de salida, a través de la abertura de descarga de la composición de glifosato amónico.

El tipo de aparato descrito, esto es, una mezcladora/amasadora continua de un solo eje o un eje doble, o procesador de sólidos, se ha encontrado que es particularmente adecuado cuando se usa amoníaco anhidro, en estado gaseoso o líquido. Cuando se inyecta amoníaco a alguna distancia desde el extremo de entrada, se enriquece en amoníaco la atmósfera dentro de la cámara en la proximidad del puerto de inyección de amoníaco, y la gran interfaz gas-sólido asegura una rápida y eficiente reacción del amoníaco con el ácido glifosato. El rápido consumo del amoníaco en la reacción conduce a que decline empinadamente el gradiente de concentración de amoníaco en la atmósfera interna de la cámara hacia los extremos de salida y entrada.

Si el ácido glifosato se suministra en forma de torta húmeda y no se requiere agua adicional o sólo se requiere una pequeña cantidad de agua adicional, el grado de mezcladura necesario antes del contacto con el amoníaco es mínimo. En esta situación, si se desea, el puerto de inyección de amoníaco se puede situar cerca del extremo de entrada de la cámara. El retroescape del amoníaco gas se puede evitar sustancialmente disponiendo que algunos elementos de tornillo de los ejes arrastren la torta húmeda ininterrumpidamente a la cámara de manera que no se forme un espacio continuo de aire entre el exterior y el interior de la cámara en el extremo de entrada. Así, en un procedimiento especialmente preferido: (i) se premezcla ácido glifosato en forma de torta húmeda con coadyuvante y se suministra ininterrumpidamente por los elementos de tornillo dispuestos en la abertura en el extremo de entrada de manera que no se forme un espacio continuo de aire que permitiría el retroescape de amoníaco en el extremo de entrada; (ii) la velocidad de rotación del eje es tal que el tiempo de permanencia de la masa de reacción en la cámara sea suficiente para permitir que la reacción de formación de glifosato amónico sea total; y (iii) se inyecta amoníaco anhidro a través de un puerto situado a una distancia desde el extremo de salida suficiente para que sustancialmente no haya purga del amoníaco desde la abertura en el extremo de salida. Incluso aunque el aparato esté diseñado para que funcione con una emisión de amoníaco próxima a cero, puede ser deseable tratar los gases purgados a través de una torre de lavado o dispositivo similar antes de liberarlos al ambiente.

Con la información dada en esta memoria, un experto en la técnica podrá establecer sencillamente por ensayos rutinarios, para cualquier aparato particular del tipo descrito, una velocidad de rotación del eje adecuada (que afecte a la velocidad de suministro del ácido glifosato así como al tiempo de permanencia en la cámara), la velocidad de suministro de agua, la velocidad de suministro del coadyuvante y el punto de inyección de amoníaco (estando ligada la velocidad de inyección de amoníaco a la velocidad de suministro del ácido glifosato) para que el procedimiento de la presente invención funcione eficientemente con una mínima purga de amoníaco. Cuando el aparato tiene elementos de tornillo reemplazables y elementos de varillas y paletas en los ejes, el experto podrá identificar fácilmente por ensayo rutinario una configuración óptima de tales elementos. El equipo adecuado para realizar la presente invención, esto es, las mezcladoras/amasadores de un eje o de eje doble o procesadores de sólidos, es asequible comercialmente, por ejemplo, de Buhler Limited (Uzwill, Suiza), Readco Manufacturing Inc. (York, Pensilvania) y Werner and Pflieder Corporation (Ramsey, New Jersey), de varios tamaños (por ejemplo, 5 cm, 13 cm, 20 cm, 25 cm, 38 cm, 62 cm, 93 cm, 125 cm y 175 cm) dependiendo del tipo de equipo seleccionado y la producción deseada.

a. Adición de coadyuvante a la masa de reacción

Sorprendentemente, se ha descubierto que la adición de un coadyuvante a la mezcla de reacción puede aumentar la velocidad de formación de la pasta de glifosato amónico. Por ejemplo, la velocidad de formación de glifosato amónico en una mezcla de reacción que comprende coadyuvante, amoniaco, ácido glifosato y agua puede ser como mínimo aproximadamente 10%, como mínimo aproximadamente 30%, como mínimo aproximadamente 50%, como mínimo aproximadamente 100% e incluso como mínimo 150% o más, mayor que la velocidad de reacción de una mezcla de reacción que por lo demás es idéntica excepto por la ausencia de coadyuvante en las mismas o sustancialmente similares circunstancias. En términos más absolutos, la velocidad de formación de glifosato amónico es como mínimo aproximadamente 0,02, más preferiblemente como mínimo 0,05, aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 0,075, aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 0,1 aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 0,2, aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 0,3, aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 0,4, aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 0,5, aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 0,75, aún más preferiblemente como mínimo aproximadamente 1,0, aún más preferiblemente como mínimo 1,25 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor. En general, las velocidades de reacción tienden a decrecer al aumentar el volumen del reactor; así por ejemplo, un reactor continuo que comprende una cámara alargada de 38 cm de diámetro que tiene un volumen del reactor de 378 litros puede funcionar fácilmente para producir aproximadamente 0,4 mol-gramo/min de glifosato amónico, mientras que reactores que tienen volúmenes menores, tales como reactores continuos que comprenden una cámara alargada de aprox. 7,5 cm de diámetro, de un volumen del reactor de 14 litros, pueden funcionar fácilmente para formar como mínimo aproximadamente 0,75 mol-gramo/min de glifosato amónico. En una realización, por tanto, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo aproximadamente 1 litro y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 1, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,5, aún más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 2, aún más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 2,5 y muy preferiblemente de como mínimo aproximadamente 3,0 mol-gramo/min por litro de volumen del reactor. En otra realización, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo aproximadamente 10 litros y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 0,5, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,0, aún más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,5, aún más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 2 mol-gramo/min por litro de volumen del reactor. En otra realización, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo aproximadamente 15 litros y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 0,5, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,0, aún más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,5 mol-gramo/min por litro de volumen del reactor. En otra realización, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo aproximadamente 50 litros y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 0,25, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,5 más preferiblemente de como mínimo 1,0 y aún más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,5 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor. En otra realización, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo 100 litros y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 0,25, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,5, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,0 y aún más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 1,25 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor. En otra realización, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo aproximadamente 200 litros y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 0,25, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,5, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,75 y, aún más preferiblemente, de como mínimo aproximadamente 1,0 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor. En otra realización, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo aproximadamente 300 litros y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 0,25, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,5, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,75 y, aún más preferiblemente, de como mínimo aproximadamente 1,0 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor. En otra realización, el recipiente de reacción tiene un volumen de como mínimo aproximadamente 500 litros y la velocidad de formación de glifosato amónico es de como mínimo aproximadamente 0,25, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,5, más preferiblemente de como mínimo aproximadamente 0,75 y, aún más preferiblemente, de como mínimo 1,0 mol-gramo/min-litro del volumen del reactor.

Además de incrementar la velocidad de formación de glifosato amónico, la inclusión de uno o varios coadyuvantes en la mezcla de reacción se ha encontrado que proporciona otros beneficios. Por ejemplo, como se ha señalado antes, la adición de un coadyuvante a la masa de reacción puede disminuir la resistencia al deslizamiento de la masa de reacción. Consecuentemente, el consumo de energía del reactor requerida para conducir la masa de reacción puede reducirse significativamente (por ejemplo, en 5%, 10%, 20% o incluso más dependiendo del coadyuvante seleccionado y la cantidad añadida a la masa de reacción).

El coadyuvante se puede añadir al reactor en diversas cantidades, dependiendo del coadyuvante y la composición y propiedades deseadas del producto final. Por ejemplo, la relación ponderal de coadyuvante a ácido glifosato añadido a la mezcla de reacción que comprende amoniaco, ácido glifosato y agua puede ser como mínimo de aproximadamente 1:250, y típicamente será de como mínimo aproximadamente 1:100, respectivamente. En algunas realizaciones, la relación ponderal de coadyuvante a ácido glifosato añadido a la mezcla de reacción puede ser incluso mayor, siendo la relación ponderal de coadyuvante a ácido glifosato de como mínimo aproximadamente 1:75, como mínimo de aproximadamente 1:50, como mínimo de aproximadamente 1:25, como mínimo de aproximadamente 1:10, como mínimo de aproximadamente 1:5 o incluso como mínimo de aproximadamente 1:2, respectivamente. En general, empero, la relación ponderal de coadyuvante a ácido glifosato añadido a la mezcla de reacción será menor que, aproximadamente 1:2, respectivamente, siendo típicas relaciones ponderales de aproximadamente 1:10 a aproximadamente 1:250,

ES 2 316 554 T3

de aproximadamente 1:25 a aproximadamente 1:150 o incluso de aproximadamente 1:50 a aproximadamente 1:100, respectivamente.

El componente coadyuvante de la mezcla de reacción puede ser un coadyuvante individual o puede comprender uno o varios materiales coadyuvantes. Cuando se usan dos o más materiales coadyuvantes, se pueden añadir separadamente a la mezcla de reacción o se pueden mezclar y añadir luego a la mezcla de reacción. Opcionalmente se pueden mezclar con el coadyuvante o los coadyuvantes otros materiales, incluidos agua y/o glicoles, antes de añadirlos a la mezcla de reacción.

En general, el coadyuvante añadido a la mezcla de reacción puede ser un tensioactivo no iónico, un tensioactivo catiónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo anfótero, un tensioactivo silicónico, un tensioactivo fluorocarburo o un lubricante. Entre los ejemplos de tensioactivos no iónicos están incluidos alquilpoliglucósidos; ésteres de glicerol tales como monolaurato de glicerilo y monococoato de glicerilo etoxilado; aceite de ricino etoxilado; ésteres de azúcares reducidos etoxilados tales como monolaurato de sorbitolpolioxietileno; ésteres de otros alcoholes polihidroxílicos tales como monolaurato de sorbitano y monoestearato de sacarosa; amidas etoxiladas tales como cocoamida de polioxietileno; ésteres etoxilados tales como monolaurato de polietilenglicol 1000 y dilaurato de polietilenglicol 6000; alquil y arilfenoles etoxilados tales como nonilfenol etoxilado, octilfenol etoxilados, dodecilfenol etoxilados, dinonilfenol etoxilados y triestirilfenol etoxilados; alcoholes etoxilados tales como alcoholes grasos etoxilados (por ejemplo, alcohol oleílico etoxilado), alcohol tridecílico etoxilado y otros alcoholes etoxilados tales como neodoles y oxoalcoholes etoxilados; y copolímeros de óxido de etileno/óxido de propileno tales como los del tipo plurónico, tipo tetrónico o tipo tergitol XH. Entre los ejemplos de tensioactivos catiónicos están incluidos alquilaminas etoxiladas (incluidas eteraminas y diaminas) tales como seboilamina etoxilada, cocoamina etoxilada, eteramina etoxilada, seboiletilendiamina etoxilada y amidoaminas etoxiladas; alquilaminas cuaternarias tales como aminas cuaternarias etoxiladas (por ejemplo, aminas cuaternarias etoxiladas o aminas cuaternarias propoxiladas); acetatos de alquilamina tales como acetato de seboilamina o acetato de octilamina; y óxidos de amina tales como óxidos de amina etoxilada (por ejemplo, óxido de N,N-bis(2-hidroxietil)cocoamina), óxidos de amina no etoxilada (por ejemplo, óxido de cetildimetilamina) y óxidos de amidoamina. Entre los ejemplos de tensioactivos aniónicos están incluidos jabones grasos tales como seboato amónico y estearato amónico; alquilsulfatos tales como alcohol C₈₋₁₀-sulfato sódico, oleilsulfato sódico y laurilsulfato sódico; aceites sulfatados tales como aceite de ricino sulfatado; étersulfatos tales como lauriletersulfato amónico y nonilfenoletersulfato amónico; sulfonatos tales como petroleosulfonatos, alquilbenceno-sulfonatos (por ejemplo, dodecilbencenosulfonato sódico (lineal) o dodecilbencenosulfonato sódico (ramificado)), alquilnaftalenosulfonatos (por ejemplo, dibutilnaftalenosulfonato sódico), alquilsulfonatos (por ejemplo, alfa-olefinsulfonatos), sulfosuccinatos tales como dialquilsulfosuccinatos (por ejemplo, dioctilsulfosuccinato sódico) y monoalquilsulfosuccinatos y succinamidas (por ejemplo, laurilsulfosuccinato disódico y N-alquilsulfosuccinato disódico); amidas sulfonadas tales como N-metil-N-cocotaurato sódico; isetonatos tales como cocoilisetonato sódico; sarcosinatos tales como N-lauroilsarcosina; y fosfatos tales como fosfatos de alquiléter etoxilado y fosfatos de alquilarileter etoxilado. Entre los ejemplos de tensioactivos anfóteros están incluidas betaínas tales como betaínas simples (por ejemplo, cocodimetilbetaína), sulfobetaínas, amidobetaínas y cocoamidossulfo-betaínas; compuestos de imidazolinio tales como lauroanfodiacetato disódico, cocoanfopropionato sódico, cocoaminodipropionato disódico y cocoanfodihidroxipropilsulfonato sódico; y otros tensioactivos anfóteros tales como N-alquil, N,-bis(2-hidroxietil)glicina y alquilaminadipropionatos. Entre los ejemplos de lubricantes están incluidos ácidos grasos tales como ácido oleílico; aceites de silicona tales como polidimetilsiloxano; ésteres grasos tales como aceite de maíz, azúcares y azúcares reducidos. En una realización preferente, al menos un adyuvante añadido a la mezcla de reacción es catiónico, anfótero o seleccionado entre la clase de tensioactivos conocidos como alquilpoliglicósidos (APG) y alquil C₁₆₋₂₂ éteres (cada uno de los cuales es no iónico). Son particularmente preferidos derivados de polioxietileno de tales tensioactivos catiónicos y anfóteros. El término "alquilo" se usa en el presente contexto para denotar una o varias cadenas de hidrocarburo saturado o insaturado, lineales o ramificadas, que tienen, a no ser que se indique lo contrario, de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono.

El coadyuvante o la mezcla de coadyuvante se añade preferiblemente en estado líquido. Se puede añadir coadyuvante sólido en estado sólido o, alternativamente, se puede calentar a una temperatura por encima de su punto de fusión y añadirlo en estado líquido. También se puede añadir coadyuvante sólido como suspensión acuosa o, si la solubilidad del coadyuvante es suficientemente alta, se puede añadir como solución. También se puede calentar coadyuvante sólido para mejorar las características de deslizamiento del coadyuvante.

b. Adición del ácido glifosato

El ácido glifosato en partículas se puede añadir al reactor en forma de polvo seco o de torta húmeda. Aunque ello sea crítico para la presente invención, estudios preliminares indican que las partículas de ácido glifosato que tienen un diámetro nominal de más de aproximadamente 400 μm o incluso de aproximadamente 300 μm pueden afectar perjudicialmente a la velocidad a que se produce la reacción del ácido glifosato con el amoniaco. Preferiblemente, por tanto, el ácido glifosato tiene una distribución de tamaños de partícula tal que como mínimo aproximadamente 80% de las partículas tiene un diámetro nominal menor que aproximadamente 400 μm y, más preferiblemente, un diámetro nominal menor que 300 μm . Más preferiblemente, el ácido glifosato tiene una distribución de tamaños de partícula tal que como mínimo aproximadamente 90% de las partículas tiene un diámetro nominal menor que aproximadamente 400 μm y, más preferiblemente, un diámetro nominal menor que aproximadamente 300 μm . En una realización particularmente preferente, la distribución de tamaños de partícula es tal que el diámetro nominal medio es de aproximadamente 30 μm a aproximadamente 230 μm , más preferiblemente de aproximadamente 50 μm

ES 2 316 554 T3

a aproximadamente $150\text{ }\mu\text{m}$ y, aún más preferiblemente, de aproximadamente $75\text{ }\mu\text{m}$ a aproximadamente $125\text{ }\mu\text{m}$. Sin embargo, se señala que la distribución de tamaños de partícula puede variar fuera de estos intervalos sin desviarse del ámbito de la presente invención.

Preferiblemente, el ácido glifosato en partículas se añade en forma de una torta húmeda que tiene un contenido de humedad de menos de aproximadamente 18%, más preferiblemente de aproximadamente 5% a aproximadamente 15%, más preferiblemente de aproximadamente 8% a aproximadamente 15% y, más preferiblemente, de aproximadamente 11% a aproximadamente 13% en peso. Si el ácido glifosato se suministra en forma de una torta húmeda, puede ser necesario suministrar el ácido glifosato usando un alimentador, como se describe más adelante, con el fin de mantener una velocidad de suministro constante. La torta de ácido glifosato es un material algo cohesivo que típicamente no se desliza libremente sin aplicar una fuerza externa. Incluso cuando se agita, la torta húmeda tiende a formar "puentes" en zonas estáticas dentro del recipiente de alimentación en el que la torta no se mueve. Con el tiempo, éstos pueden crecer hasta el punto de que la torta no se desliza desde el recipiente de alimentación, dando ello por resultado una cantidad en exceso de amoníaco en la etapa de reacción corriente abajo. Cuando la reacción se realiza continuamente, se prefiere suministrar la torta de ácido glifosato usando un equipo que mantenga fiablemente una velocidad de suministro constante y que no sea susceptible de que se formen puentes.

La Fig. 2 muestra un aparato de alimentación adecuado que está diseñado para minimizar la cuantía de la formación de puentes. El aparato incluye un alimentador superior 102 y un alimentador inferior 104. El alimentador superior incluye una tolva de alimentación 116 equipada con un agitador 106 accionado por un motor 108.

El agitador incluye paletas superiores 110 y paletas inferiores 112. Las paletas superiores preferiblemente son paletas abiertas de una forma tal que se ajustan estrechamente dentro de las paredes de la tolva. Las paletas inferiores 112 están colocadas para que se mantenga una holgura mínima, preferiblemente de menos de aproximadamente 1,6 mm, desde la cabecera del tornillo en el alimentador inferior para evitar la acumulación de torta húmeda en la placa del fondo. Los alimentadores que emplean este tipo de diseño del agitador típicamente proporcionan una holgura de aproximadamente 6,5 mm entre los bordes de las paletas y la placa del fondo. Como se ve más claramente en las Figs. 3 y 4, la placa 114 del fondo está formada con un canalón integral 118 en el que se aloja el alimentador inferior 104. Si la holgura entre las paletas y la placa del fondo es demasiado grande, se pueden formar puentes de torta húmeda a lo largo de la parte de arriba de este canalón, impidiendo o parando el deslizamiento de la torta húmeda al alimentador inferior. Preferiblemente, por tanto, la holgura es inferior a aproximadamente 6,5 mm para reducir la tendencia de la torta húmeda de glifosato a acumularse sobre la placa. Debe notarse que la velocidad del agitador puede afectar también al comportamiento del alimentador. Esto es, si el agitador gira demasiado rápidamente, puede forzar al material a la unidad alimentadora inferior más rápidamente que el tornillo transporta la torta húmeda al aparato de reacción. Si la velocidad de agitación es demasiado baja, el agitador no romperá los puentes que se forman en la tolva. La velocidad óptima del agitador para un diseño de alimentador dado puede determinarse fácilmente por experimentación rutinaria para asegurar que la velocidad de alimentación no sea afectada perjudicialmente y que se suprima suficientemente la formación de puentes.

La unidad de alimentación inferior 104 preferiblemente es un dispositivo transportador capaz de descargar material que tiene un contenido de humedad suficiente para causar la conexión desde el alimentador superior 102 al reactor. Preferiblemente, el dispositivo transportador es un alimentador de tornillo que comprende una hélice individual, una espiral rotativa abierta 120, representada en la Fig. 3.

Si bien, preferiblemente, el ácido glifosato se suministra continuamente al proceso usando un equipo como el descrito, sin desviarse del ámbito de la presente invención se puede usar cualquier equipo que mantenga fiablemente una velocidad constante del ácido glifosato. Tal equipo está disponible comercialmente en, por ejemplo, Merrick Industries (Lynn Haven, Florida).

c. Adición de amoníaco

Preferiblemente, el amoníaco se suministra al reactor a una velocidad suficiente para proporcionar una cantidad aproximadamente estequiométrica requerida para reaccionar con el ácido glifosato que se suministra al reactor para formar glifosato monoamónico. Consecuentemente, la relación molar de amoníaco a ácido glifosato añadido al reactor es de aproximadamente 1 mol de amoníaco por mol de ácido glifosato. Una adición de amoníaco menor que aproximadamente 1 mol de amoníaco por mol de ácido glifosato puede dar por resultado que una parte del ácido glifosato quede sin reaccionar. Sin embargo, generalmente es aceptable, sin desviarse del ámbito de la presente invención, con tal que la porción de ácido glifosato sin reaccionar sea relativamente pequeña, por ejemplo inferior a aproximadamente 20%, dando ello por resultado la presencia de como mínimo 4 moles de glifosato amónico por mol de ácido glifosato no neutralizado en la mezcla de reacción. Una velocidad de adición de amoníaco mayor que aproximadamente 1 mol de amoníaco por mol puede dar por resultado la pérdida de gas amoníaco, aumentando el coste de materias primas y el coste de los controles ambientales. Además, una velocidad de adición de más de aproximadamente 1 mol de amoníaco por mol de ácido glifosato puede dar por resultado que una porción del ácido glifosato reaccione para formar glifosato diamónico. La sal diamónica es más higroscópica que la sal monoamónica y, por ello, menos deseable. Preferiblemente, la relación molar de amoníaco a ácido glifosato añadido al reactor es de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 1,25, preferiblemente de aproximadamente 0,9 a aproximadamente 1,1 y, aún más preferiblemente, de aproximadamente 0,95 a aproximadamente 1,05 moles de amoníaco por mol de ácido glifosato añadido.

ES 2 316 554 T3

El amoníaco se puede suministrar al reactor como amoníaco acuoso (NH_4OH) líquido, amoníaco anhidro líquido, amoníaco anhidro gaseoso o combinaciones de ellos a través de uno o varios puertos. El amoníaco acuoso aporta agua adicional al reactor, aumentando la cantidad total de agua suministrada al reactor, como se describe seguidamente. El amoníaco anhidro, sea como líquido o como gas, no afecta al balance total de agua. Sin embargo, si se suministra en forma de líquido, parte o la totalidad del amoníaco anhidro líquido puede convertirse en amoníaco anhidro gaseoso después de entrar en el recipiente de reacción. El amoníaco anhidro líquido absorbe el calor de vaporización requerido para convertir el amoníaco líquido en amoníaco gaseoso de la masa de reacción, lo que reduce la cantidad de calor a disipar que se necesitaría de otra manera, por ejemplo, mediante vaporación de agua desde la masa de reacción o un sistema externo de enfriamiento tal como una camisa de agua fría. Consecuentemente, el amoníaco se suministra preferiblemente al reactor como amoníaco anhidro en forma de líquido.

Independientemente de que se suministre el amoníaco anhidro en forma de líquido o en forma de gas, al menos parte de amoníaco anhidro gaseoso puede estar luego en el reactor. Preferiblemente, por tanto, el reactor está diseñado para crear y mantener una gran superficie interfacial entre la masa de reacción y la atmósfera interna del recipiente de reacción (esto es, el reactor mezcla los componentes de reacción de manera que en la masa de reacción queda atrapado un volumen significativo de gas). La superficie interfacial denominada en este contexto interfaz gas-pasta, puede afectar a la eficacia con la que el ácido glifosato reacciona con el amoníaco gas presente en la atmósfera interna.

d. Adición de agua

Preferiblemente, la cantidad total de agua suministrada al reactor es de aproximadamente 10% a aproximadamente 25% o más, preferiblemente de aproximadamente 13% a aproximadamente 18% en peso del total de ácido glifosato, amoníaco, agua y coadyuvante añadido al recipiente de reacción. Dentro de este intervalo, la cantidad de agua presente en la masa inicial de reacción no es crítica. La cantidad precisa de agua para un aparato particular y las condiciones de reacción en conjunto puede determinarlas fácilmente un experto en la técnica.

En general, la cantidad de agua suministrada al reactor preferiblemente es suficiente para contribuir útilmente a la disipación de calor mediante enfriamiento por evaporación. Esto es, la evaporación de agua de la masa de reacción disipa algo del calor generado en la reacción. Si bien la reacción se puede realizar a temperaturas tan bajas como la temperatura ambiente, típicamente, la temperatura de la masa de reacción aumenta rápidamente debido a la naturaleza exotérmica de la reacción. La temperatura a la que se realiza la reacción típicamente es de aproximadamente 70°C a aproximadamente 105°C y más preferiblemente es de aproximadamente 100°C . Típicamente la masa de reacción se enfría para prevenir un sobrecalentamiento de la masa de reacción; la evaporación de agua de la masa de reacción reduce la cantidad de calor que sería necesario eliminar de otra forma. Ventajosamente, la evaporación de agua reduce además la cantidad de agua que sería necesario eliminar en una etapa posterior si se desea un contenido de agua más reducido.

Aunque es deseable reducir algo la concentración de humedad, también es deseable mantener una concentración de humedad suficiente para sostener la homogeneidad de la masa de reacción con el fin de que la reacción sea completa. Esto es, la evaporación de algo de agua de la masa de reacción, también reduce el contenido de humedad, afectando así a las características de deslizamiento de la masa de reacción. Consecuentemente, preferiblemente el agua se suministra al reactor a una velocidad suficiente para proporcionar no sólo el efecto de enfriamiento por evaporación, como se ha descrito, sino también para asegurar que se pueda homogeneizar fácilmente la masa de reacción con el grado de energía disponible en el sistema de mezcla usado en el reactor, de manera que la reacción ácido-base transcurra uniformemente y completamente produciendo una pasta que se puede procesar corriente abajo. En algunos tipos de equipo de mezcla o amasado a alta energía que tienen un sistema eficaz de enfriamiento en forma de, por ejemplo, una camisa de agua, es aceptable una masa relativamente rígida que tiene un contenido de humedad relativamente bajo, mientras que en un equipo de más baja energía o un equipo que tiene un sistema de enfriamiento por conducción menos eficaz, puede ser deseable formar una pasta más húmeda, más fluida.

La proporción de agua que se añade como parte del ácido glifosato húmedo, amoníaco y coadyuvante puede variar sin desviarse del ámbito de la presente invención con tal que la cantidad de agua añadida sea conforme con el intervalo dado antes. Por ejemplo, cuando se mezclan 100 partes en peso de ácido glifosato con 10 partes en peso de amoníaco (expresados ambos sobre la base de exentos de agua) y en la etapa de reacción no se añaden otros ingredientes excepto agua, una cantidad de agua adecuada es de aproximadamente 12 a aproximadamente 37 partes en peso. Como se ha descrito antes, parte o la totalidad de esta agua puede estar presente en la composición de ácido glifosato o amoníaco añadida. Por ejemplo, si se añaden 10 partes en peso de amoníaco en forma de amoníaco acuoso (29% en peso de amoníaco, 71% en peso de agua) a 100 partes en peso de ácido glifosato en forma de torta húmeda que tiene un contenido de humedad del 10%, la cantidad total de agua presente en estos ingredientes es de aproximadamente 35,6 partes en peso y la cantidad máxima de agua adicional a añadir es de aproximadamente 1,4 partes en peso. En general, en tal situación no es necesaria agua adicional. Sin embargo, si se añaden 10 partes en peso de amoníaco anhidro a 100 partes en peso de ácido glifosato en forma de torta húmeda que tiene un contenido de humedad del 12%, la cantidad total de agua presente en estos ingredientes es de sólo aproximadamente 13,6 partes en peso y se puede añadir agua adicional hasta aproximadamente la cantidad de 23,4 partes en peso.

Típicamente, la evaporación de agua da por resultado una disminución de aproximadamente 1 a aproximadamente 15 y, más típicamente, de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 puntos porcentuales del contenido de humedad de la masa de reacción durante la etapa de reacción, de manera que la pasta de glifosato descargada del reactor puede tener un contenido de humedad de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 20%. Preferiblemente, la pasta de glifosato amónico tiene un contenido de humedad de aproximadamente 2% a aproximadamente 20%, más preferiblemente de aproximadamente 2% a aproximadamente 15%, aún más preferiblemente de aproximadamente 2% a aproximadamente 10%, aún más preferiblemente de aproximadamente 2% a aproximadamente 5% y, muy preferiblemente de aproximadamente 3% a aproximadamente 5% en peso. Debe señalarse que puede continuar evaporándose una cantidad sustancial de agua de la masa de reacción durante el enfriamiento; así, el contenido de agua de la masa de reacción preferiblemente se determina después de que se haya dejado que la composición se enfríe a de aproximadamente 50°C a aproximadamente 70°C. El contenido de humedad se puede medir usando cualquier medio conocido en la técnica para esta determinación; hay disponibles comercialmente dispositivos para medir el contenido de humedad, por ejemplo, de Denver Instrument Company (Arvada, Colorado).

Si el contenido de humedad de la pasta de glifosato amónico es mayor que aproximadamente 15% en peso, a la mezcla de reacción se puede aportar más calor para aumentar la evaporación de agua; adicional o alternativamente se puede reducir más el contenido de humedad de la composición por aplicación de calor y/o vacío a la composición después de completar la etapa de reacción. Se puede usar cualquier procedimiento de reducción de la humedad o secado parcial conocido en la técnica.

Para evitar la necesidad de aplicar calor y/o vacío para eliminar más agua, se prefiere que las condiciones del proceso sean tales que la pasta de glifosato amónico tenga un contenido de humedad de no más de aproximadamente 15% en peso. Más exactamente, es preferible no añadir más agua al comienzo del proceso que la necesaria para conseguir una consistencia adecuada de la composición y un enfriamiento por evaporación suficiente, y para que resulte una pasta de glifosato amónico que se pueda procesar corriente abajo y que tenga un contenido de humedad de aproximadamente 2% a aproximadamente 15%, aún más preferiblemente de aproximadamente 2% a aproximadamente 10%, aún más preferiblemente de aproximadamente 2% a aproximadamente 5% y, muy preferiblemente, de aproximadamente 3% a aproximadamente 5% en peso. Por tanto, preferiblemente se añade amoníaco como amoníaco anhidro y la cantidad de agua introducida, incluida la humedad asociada con el ácido glifosato, preferiblemente es menor que aproximadamente 18% y, más preferiblemente, menor que aproximadamente 15% en peso de la totalidad de ácido glifosato, amoníaco, agua y coadyuvante añadida.

La pasta de glifosato amónico producida por el procedimiento descrito detalladamente en lo que antecede se puede envasar como composición herbicida concentrada, bien en la condición de producida o la de secada, por ejemplo, por secado en tambor para producir escamas sólidas. Además, dependiendo de la cantidad añadida de coadyuvante y el contenido de humedad de la pasta de glifosato amónico, la pasta puede solidificar después de enfriar para formar una mezcla que se “desmorona” al tocarla.

II. Procedimiento de granulación

Sorprendentemente se ha encontrado que la pasta de glifosato amónico de la presente invención es particularmente adecuada como intermedio en la preparación de una composición herbicida granular seca, como se describe más en particular seguidamente. Lo que es especialmente sorprendente es que se ha encontrado que el glifosato amónico en la forma de pasta que se puede procesar corriente abajo, generada aquí, tiene las propiedades de absorción y adsorción requeridas para poder formularla eficientemente como una composición herbicida granular seca con coadyuvante hasta aproximadamente 25% en peso de la formulación acabada, por un procedimiento de granulación por extrusión.

En otra realización de la presente invención, por tanto, la pasta de glifosato amónico se procesa para formar gránulos secos de glifosato amónico. De acuerdo con esta realización, se añade más coadyuvante a la pasta de glifosato amónico y se mezcla hasta que se forma una mezcla húmeda homogénea que preferiblemente tiene la consistencia de una rosquilla, lo que en este contexto se expresa como que se forma una mezcla de glifosato amónico extruible. Preferiblemente, el coadyuvante es un tensioactivo capaz de intensificar la eficacia herbicida del producto acabado. En una realización particularmente preferente, el (los) coadyuvante(s) comprende(n) uno o varios tensioactivos catiónicos. Dependiendo de la cantidad de coadyuvante añadido a la mezcla de reacción, con la pasta de glifosato amónico se pueden combinar uno o varios coadyuvante(s) (separadamente o mezclados si se usa más de uno). En una realización, con la pasta de glifosato amónico acabada también se combinan cantidades adicionales del (los) coadyuvante(s) añadido(s) a la masa de reacción; en otra realización, el (los) coadyuvante(s) añadidos a la masa de reacción difieren el algún aspecto (composición o proporción relativa si son más de uno) del (los) coadyuvante(s) combinado(s) con la pasta acabada de glifosato amónico. Típicamente, la cantidad de coadyuvante añadido a la masa de reacción será menor que la cantidad de coadyuvante añadido a la pasta acabada de glifosato amónico.

La relación ponderal de la totalidad de coadyuvante a glifosato amónico depende de, entre otros factores, el tipo de coadyuvante o el coadyuvante usado. Frecuentemente, tal relación será un compromiso entre, por una parte, el suministro suficiente de coadyuvante para dar un alto grado de eficacia herbicida al producto acabado y, por otra parte, el que la cantidad de coadyuvante sea menor que la que da por resultado que los gránulos acabados sean pegajosos o propensos de otra forma a agregarse y a que se formen terrones. Un experto en la técnica puede determinar por ensayos rutinarios la relación de coadyuvante a ácido glifosato que produce un alto grado de eficacia herbicida sin

producir una formulación granular seca que tiene gránulos pegajosos. Teniendo en cuenta el coadyuvante añadido a la mezcla de reacción y el coadyuvante adicional añadido a la pasta de glifosato amónico acabada antes de la extrusión, la relación ponderal de coadyuvante total a glifosato amónico (sobre base seca) en los gránulos acabados generalmente es de aproximadamente 1:9 a aproximadamente 1:2. Típicamente, la relación ponderal será de aproximadamente 1:6 a aproximadamente 1:3; cuando el coadyuvante seleccionado es una polioxialquilenalquilamina, por ejemplo, sebolilamina etoxilada (20), se ha encontrado que una relación ponderal particularmente útil es de aproximadamente 1:3 a aproximadamente 1:5.

La adición de coadyuvante a la pasta de glifosato amónico inmediatamente después de terminar la etapa de reacción, sin permitir que se enfríe la composición, puede dar por resultado que el coadyuvante no se mezcle íntimamente con la pasta para formar una mezcla de glifosato amónico extruible. Aunque algunos coadyuvantes son más tolerantes que otros a este respecto, generalmente se prefiere añadir el coadyuvante a la pasta de glifosato amónico después de haberse enfriado la pasta a una temperatura de aproximadamente 25°C a aproximadamente 75°C, más preferiblemente de aproximadamente 50°C a aproximadamente 70°C, más preferiblemente a aproximadamente 70°C.

En una realización de la presente invención, la pasta de glifosato amónico y el coadyuvante se mezclan para formar, en el mismo recipiente en que se realiza la etapa de reacción, una mezcla húmeda extruible. Preferiblemente, en esa realización el amoniaco y el ácido glifosato reaccionan para formar una pasta de glifosato amónico y la pasta se enfría a una temperatura de menos de aproximadamente 70°C antes de añadir el coadyuvante para formar la mezcla de glifosato amónico extruible. Esto es, el ácido glifosato, el amoniaco, el coadyuvante y el agua entran en el extremo de entrada del reactor para formar una masa de reacción. La masa de reacción es conducida a alguna distancia hacia la descarga del reactor, denominada zona de reacción. La pasta de glifosato amónico formada en la zona de reacción se conduce luego a través de la zona de enfriamiento, en la que la pasta se enfría desde la temperatura a la que tiene lugar la reacción (esto es, de aproximadamente 70°C a aproximadamente 105°C) a una temperatura inferior a aproximadamente 70°C. Finalmente se añade coadyuvante a la pasta enfriada para formar una mezcla de glifosato amónico extruible y la pasta de glifosato amónico extruible se descarga en el extremo de descarga del reactor. Las velocidades del ácido glifosato, el amoniaco, el coadyuvante y el agua cerca de la entrada son similares a velocidad a la que se añade coadyuvante adicional a la pasta de glifosato amónico enfriada y se controlan para que los ingredientes se mezclen en las proporciones deseadas.

En otra realización, la reacción se efectúa en un reactor continuo como se ha descrito antes para formar una pasta de glifosato amónico que luego se suministra continuamente a un aparato mezclador separado, por ejemplo, una amasadora continua, en el que se añade el coadyuvante adicional a la pasta de glifosato amónico para formar una pasta de glifosato amónico extruible. Hay disponibles comercialmente tales aparatos mezcladores continuos, por ejemplo, de Fuji Paudal Ltd. (Osaka, Japón) y Readco Manufacturing Inc. (York, Pensilvania).

Opcionalmente, sin desviarse del ámbito de la presente invención, se pueden añadir otros materiales a cualquier proceso para producir la pasta de glifosato amónico o al proceso para formar la mezcla de glifosato amónico extruible. Por ejemplo, se puede añadir una pequeña cantidad de sulfito sódico para inhibir la formación de nitrosamina. Adicional o alternativamente, se pueden añadir otros ingredientes que intensifican la actividad herbicida, esto es, sales inorgánicas tales como sulfato amónico, o incluso un segundo herbicida activo.

El segundo herbicida activo, si se incluye, puede ser, como el glifosato, un ácido que se convierte en su sal amónico durante la mezcladura con amoniaco en la etapa (a). Son ejemplos ilustrativos de tales herbicidas, acifluorfen, asulam, benazolina, bentazon, bilanafos, bromacilo, bromoxinilo, clorabem, clopiralid, 2,4-D, 2,4-DB, dalapon, dicamba, diclorprop, diclofop, endotall, fenac, fenoxaprop, flumetop, fluzifop, flumiclorac, fluoroglicofeno, fomesafeno, fosamina, glufosamina, haloxifop, imazamet, imazametabenz, imazamox, imazapic, imazapir, imazaquina, imazetapir, ioxinilo, MCPA, MCPB, mecoprop, ácido metilarsónico, naptalam, ácido nonanoico, picloram, quinclorac, quizalofop, ácido sulfámico, 2,3,6-TBA, TCA y triclopyr. Alternativamente, cualquiera de estos ingredientes herbicidas activos se puede añadir neutralizado y en forma de una sal.

Generalmente, las sales de los herbicidas mencionados son solubles en agua y el producto final del procedimiento es una formulación granular soluble en agua. Opcionalmente se puede incluir en la mezcla un ingrediente herbicida activo insoluble en agua, en cuyo caso, el producto final del procedimiento es una formulación granular dispersable en agua. Entre los herbicidas insolubles en agua, útiles en esta realización de la invención, están incluidos ilustrativamente acetoclor, acetonitrilo, alaclor, ametrin, amidosulfuron, anilofos, atrazina, azafenidina, azimsulfuron, benzoilfuralina, benfuresato, benzosulfuron-metilo, bensulida, benzofenap, bifenox, bromobutida, bromobenoxim, butaclor, butamifos, butralina, butoxydim, butylate, cafenstrole, carbetamide, carfentrazone-etilo, chlormethoxifen, clorbromuron, cloridazon, clorimuron-etilo, chlorotoluron, chlomitrofen, chlorotoluron, chlorpropham, chlorsulfuron, clorthal-dimetilo, clortiamida, cinmetilina, cinosulfuron, cletodim, clodinafop-propargilo, clomazona, clometrop, cloransulam-metilo, cinazina, cicloato, ciclosulfamuron, cicloxidim, cihalofop-butilo, daimuron, desmedipham, desmetrin, diclobeniol, diclofop-metilo, difludenican, dimefuron, dimeperato, dimethaclor, dimetametrin, dimetenamid, dinitramine, dinotef, diphenamid, dithiopyr, diuron, EPTC, esprocarb, etalfluralina, etametsulfuron-etilo, ethofumesate, ethoxysulfuron, etobenzanid, fenoxaprop-etilo, fenuron, flumetop-metilo, flazasulfuron, fluzifop-butilo, fluclofuralina, flumetsulam, flumiclorac-pentilo, flumioxazina, fluometuron, fluorocloridon, fluoroglicofen-etilo, flupoxam, flurenol, fluridona, fluroxipir-1-metilheptilo, flurtamona, flutiacet-etilo, fomesafeno, halosulfuron, haloxifop-metilo, hexazinona, imazosulfuron, indanofan, isoproturon, isouron, isoxaben, isoxaflutol, isoxapirifop, lactofeno, lenacilo, linuron, mefenacet, metamitron, metazaclor, metabenzthiazuron, metildimron, metobenzuron, metobromuron, metolaclor, metosulam, me-

toxuron, metribuzina, metsulfuron, molinato, monolinuron, naproanilida, napropamida, naptalam, neburon, nicosulfuron, norflurazon, orbencarb, oryzalin, oxadiargyl, oxadiazon, oxasulfuron, oxifluorfen, pebulato, pendimetalina, pentanoclor, pentoxazona, fenmedifam, piperfos, pretilaclor, primisulfuron, prodiamina, prometon, prometrina, propaclor, propanilo, propaquizafop, propazina, profam, propisoclor, propizamida, prosulfocarb, prosulfuron, piraflufen-etilo, pirazolynato, pyrazosulfuron-etilo, pirazoxifeno, piributicarb, piridato, piriminobac-metilo, quinclozac, quinmerac, quizalofop-etilo, rimsulfuron, sethoxydim, siduron, simazina, simetrina, sulcotriona, sulfentrazona, sulfometuron, sulfosulfuron, tebutam, tebutiuron, terbacilo, terbumeton, terbutilazina, tenilclor, tiazopir, tifensulfuron, tiobencarb, tiocabazilo, tralkoxydim, triallato, trisulfuron, tribenuron, trietazina, trifluratina, trisulfuron y vernolato.

La mezcla extruible de glifosato amónico se suministra a una extrusora para formar gránulos de glifosato amónico húmedo. Preferiblemente, la extrusora tiene una entrada a través de la cual se suministra la mezcla de glifosato amónico extruible, una salida que comprende un tamiz que tiene aberturas a través de las cuales se extruye la mezcla extruible de glifosato amónico para formar barras extruidas, y un elemento transportador que transporta la mezcla extruible de glifosato amónico desde la entrada a la salida. El proceso de extrusión se puede realizar en cualquier aparato de extrusión conocido en la técnica, tal como extrusoras del tipo de cesta, extrusoras axiales, extrusoras radiales o extrusoras de doble cúpula. En una realización preferente, el proceso de extrusión se puede realizar usando una extrusora radial de baja presión o una extrusora de doble cúpula. Tales extrusoras están disponibles comercialmente, por ejemplo las de Fuji Paudal Company Ltd. (Osaka, Japón), Readco Manufacturing Inc. (York, Pensilvania) y Bonnett Co. (Union Town, Ohio).

La mezcla extruible de glifosato amónico preferiblemente se extruye a través de tamices que preferiblemente tienen aberturas de aproximadamente 0,6 a aproximadamente 1,5 mm. Hay disponibles comercialmente tamices que tienen un diámetro nominal de este intervalo, por ejemplo, tamices con aberturas que tienen un diámetro nominal de aproximadamente 0,5 mm, aproximadamente 0,6 mm, aproximadamente 0,7 mm, aproximadamente 1,0 mm, aproximadamente 1,2 mm o mayores, por ejemplo, las de LCI Corporation (Charlotte, North Carolina). El tamaño de las aberturas se selecciona sobre la base del tamaño deseado de los gránulos de glifosato amónico y no es crítico para el procedimiento de la presente invención.

La adición de coadyuvante a la masa de reacción y adicionalmente a la pasta de glifosato amónico (en particular, antes de la etapa de extrusión) da por resultado la formación de una mezcla extruible de glifosato amónico que es menos pegajosa y menos abrasiva para la boquilla o el tamiz de extrusión. Consecuentemente, la cuantía de potencia requerida por la extrusora puede reducirse significativamente (por ejemplo una reducción de la potencia requerida de 5%, 20%, 30% o incluso más, dependiendo del coadyuvante seleccionado y la cantidad añadida a la mezcla de reacción). Además, se puede aumentar significativamente la producción de la extrusora (por ejemplo, un aumento de la producción de aproximadamente 5%, 10%, 25%, 50% o incluso más dependiendo del coadyuvante seleccionado y la cantidad añadida a la mezcla de reacción).

El material extruido que sale de los tamices forma inicialmente barras alargadas que tienden a romperse espontáneamente para formar gránulos cilíndricos cortos. Si las barras no se rompen fácilmente puede ser necesario añadir un dispositivo de corte en la cabeza de la extrusora; sin embargo, si el polvo de glifosato amónico tiene las propiedades de absorción y/o adsorción deseadas y la cantidad de agua añadida está dentro del intervalo óptimo descrito antes, usualmente no es necesaria una operación de corte.

Inmediatamente después de la extrusión, los gránulos están húmedos y son coherentes, pero no son pegajosos y no se aglomeran. En este momento, si se desea, los gránulos se pueden someter a una acción de rotación o sacudidas, por ejemplo en un tambor o dispositivo para hacer pellas redondas, para obtenerlos con una forma más redondeada y con un tamaño más uniforme.

Finalmente, los gránulos húmedos se pueden secar para reducir si se desea la concentración de humedad. Se puede usar cualquier procedimiento de secado, pero un procedimiento preferido es el secado en lecho fluido. Preferiblemente se usa una secadora continua de lecho fluido con una alimentación continua desde la extrusora y una salida continua, por ejemplo, a un recipiente de mantenimiento o una unidad de envasado, opcionalmente pasando por una etapa de clasificación como se ha indicado antes. Preferiblemente, los gránulos se secan a un contenido de humedad por debajo de aproximadamente 1%, más preferiblemente por debajo de aproximadamente 0,5% en peso.

Después del secado, los gránulos se pueden envasar o se pueden mantener en una tolva u otro recipiente de almacenamiento hasta que se envasen, pero generalmente se prefiere clasificar primeramente los gránulos, por ejemplo, por cribado, para retener sólo los que están en un intervalo de tamaños deseado. Ésta es una etapa adicional (e) del procedimiento de la presente invención. Un intervalo ilustrativo de tamaños a retener es mayor que la malla 40 (aproximadamente 0,6 mm) y menor que la malla 5 (aproximadamente 5 mm). Los gránulos de tamaño demasiado grande o demasiado pequeño o sus fragmentos o agregados se pueden reciclar añadiéndolos a la mezcla húmeda antes de la extrusión.

65 Ejemplos

Los Ejemplos siguientes se presentan a fines ilustrativos y no pretenden limitar el alcance de la invención. Los ejemplos permitirán comprender mejor la invención y percibir mejor sus ventajas y ciertas variaciones de la ejecución.

Ejemplo 1

Mejora de la calidad

5 Este ejemplo ilustra la diferencia de que el reactor continuo funcione con coadyuvante y sin coadyuvante. La composición se preparó en una mezcladora de eje doble corrotativo con tornillos de 12,7 cm de diámetro (fabricada por Readco Manufacturing Inc., York, Pensilvania). Se inyectaron en el reactor la torta húmeda de ácido glifosato, agua y amoníaco líquido anhidro. El amoníaco reaccionó con el glifosato produciendo una pasta de glifosato amónico.

10 A la salida de la mezcladora se hizo una descarga súbita de vapor de agua del producto. Una solución de pasta en agua al 1% tenía un pH de aproximadamente 4. Con la mezcla resultante se mezcló el tensioactivo Witco FloMo 1407 y la mezcla se extruyó a través de una boquilla de 1,0 mm y se secó en una secadora de lecho fluido para producir un gránulo soluble en agua que contenía glifosato y tensioactivo. Cuando se extruyó, la rosquilla formó barras alargadas que fácilmente formaron terrones con una ligera presión. Después de secar el producto era blando.

15 Sin detener el proceso anterior, en el extremo frontal de la mezcladora se inyectó uno por ciento en peso de tensioactivo y la adición de agua se rebajó para mantener el mismo contenido de agua anterior de la pasta. El consumo de energía bajó rápidamente en aproximadamente 37% con pequeña fluctuación. Una solución de la pasta en agua al 1% tenía un pH de aproximadamente 4. Se añadió como antes el tensioactivo Witco FloMo 1407. La mezcla resultante se extruyó a través de una boquilla de 1,0 mm y se secó en una secadora de lecho fluido, obteniéndose un gránulo soluble en agua que contenía glifosato y tensioactivo. Cuando se extruyó, la rosquilla formó barras cortas que no formaban fácilmente terrones. Después de secar, el producto tenía una textura dura crujiente.

Ejemplo 2

25 *Reacción más rápida*

Este ejemplo ilustra la reacción más rápida lograda con la adición de tensioactivo. Este ejemplo es esencialmente el del Ejemplo 1 con los mismos suministros. Después de llegar al equilibrio sin la adición de tensioactivo, se realizó una parada en caliente parando simultáneamente todas las operaciones. Se abrió el reactor y se tomaron muestras en

30 puntos seleccionados del reactor. Se midió el pH de las muestras después de dilución en agua. Los resultados indican que la totalidad de la reacción con amoníaco tiene lugar corriente abajo del punto en que se inyecta amoníaco. Cada muestra sucesiva corriente abajo del punto de inyección tenía un pH más alto, lo que indica que la reacción tenía lugar en todo el camino a la cámara de reacción.

35 Se volvió a poner en funcionamiento el reactor con suministros equivalentes a los de la segunda parte del Ejemplo 1. Después de alcanzar el equilibrio con la adición de tensioactivo, se realizó una parada en caliente parando simultáneamente todas las operaciones. Se abrió el reactor y se tomaron muestras en puntos seleccionados del reactor. Se midió el pH de las muestras después de dilución en agua. Los resultados indican que la totalidad de la reacción con amoníaco tiene lugar corriente abajo desde el punto en que se inyecta amoníaco. El pH de cada muestra sucesiva corriente abajo del punto de inyección aumentó para la primera mitad del reactor y luego permaneció constante, lo que indica que la reacción había sido completa en la primera mitad del reactor.

Ejemplo 3

45 *Mayor producción*

Este ejemplo ilustra la mayor producción posible con la adición de tensioactivo. Este ejemplo es esencialmente el Ejemplo 2, con los mismos suministros. Después de alcanzar el equilibrio sin añadir tensioactivo en las condiciones iniciales, la velocidad de reacción era de 0,76 mol-gramo/min-litro de volumen de reacción. Las velocidades de todos

50 los suministros se aumentaron luego en 18%. Se detectó un fuerte olor a amoníaco que procedía de la salida, indicador de que la reacción no era completa, lo que a su vez indicaba que la velocidad de reacción era inferior a 0,89-mol-gramo/min-litro de volumen de reacción. Se introdujo el tensioactivo Witco FloMo 1407 en la cantidad de 1% en peso y se mantuvo la misma la velocidad del agua. Después de haber introducido el tensioactivo, no se detectó amoníaco de la descarga, lo que indicaba que la reacción había sido completa. La velocidad de aportación de todos los suministros se aumentó luego en 42% más. Incluso a esta velocidad de producción de 1,27 mol-gramo/min-litro de volumen de

55 reacción, el producto era de buena calidad y no tenía olor a amoníaco.

A la vista de lo anterior, se verá que se han conseguido varios objetivos de la invención. Puesto que se podrían hacer varios cambios en el procedimiento descrito sin desviarse del ámbito de la invención, se propugna que todas las materias contenidas en la descripción anterior se interpreten como ilustrativas y no en sentido limitativo. Además,

60 cuando se introducen elementos de la presente invención o su(s) realización(es) preferente(s), los artículos “uno”, “una”, “el” y “ella” ha de entenderse que significan uno o varios de los elementos. Los términos “que comprenden”, “que incluyen” y “que tienen” ha de entenderse que son inclusivos y que puede haber elementos adicionales que no son los mencionados.

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar una composición de una pasta de glifosato amónico, que comprende mezclar en un reactor (i) ácido glifosato en partículas, (ii) amoníaco, (iii) agua y (iv) coadyuvante para formar una masa de reacción en la que reaccionan el ácido glifosato y el amoníaco formando una composición de pasta de glifosato amónico, siendo la cantidad total de agua añadida al reactor de 10% a 25% en peso de la totalidad de ácido glifosato, amoníaco, agua y coadyuvante añadida al reactor.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la relación ponderal de coadyuvante a ácido glifosato añadido al reactor es como mínimo de 1:500, preferiblemente como mínimo de 1:250.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la relación ponderal de coadyuvante a ácido glifosato añadido al reactor es de 1:100 a 1:2, preferiblemente de 1:50 a 1:2, más preferiblemente de 1:20 a 1:2.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la relación molar de amoníaco a ácido glifosato añadido al reactor es de 0,8 a 1,25, preferiblemente de 0,9 a 1,1, más preferiblemente de 0,95 a 1,05.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la cantidad total de agua añadida al reactor es de 15% a 18% en peso de la totalidad de ácido glifosato, amoníaco, agua y coadyuvante añadida al reactor.
6. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la composición de la pasta de glifosato amónico tiene un contenido de humedad de 2% a 20% en peso, preferiblemente de 2% a 15% en peso, más preferiblemente de 2% a 10% en peso, muy preferiblemente de 3% a 5% en peso.
7. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que el coadyuvante se selecciona entre el grupo constituido por un tensioactivo no iónico, un tensioactivo catiónico, un tensioactivo aniónico, un tensioactivo anfótero, un tensioactivo de silicona, un tensioactivo fluorocarburo, un lubricante y mezclas de ellos.
8. El procedimiento de la reivindicación 7, en el que el coadyuvante es un tensioactivo catiónico seleccionado entre el grupo constituido por alquilaminas etoxiladas, alquilaminas cuaternarias, acetatos de alquilamina, óxidos de amina y mezclas de ellos.
9. El procedimiento de la reivindicación 7, en el que el coadyuvante añadido al reactor es un lubricante.
10. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que el lubricante es un aceite de silicona.
11. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que el aceite de silicona es polidimetilsiloxano.
12. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en el que la totalidad o parte del agua del reactor se introduce en su totalidad o en parte como humedad asociada con el ácido glifosato y/o como el componente agua del amoníaco acuoso o el coadyuvante.
13. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en el que el amoníaco se introduce como amoníaco anhidro, preferiblemente amoníaco anhidro líquido.
14. El procedimiento de la reivindicación 13, en el que el agua se introduce, en su totalidad o en parte, como humedad asociada con el ácido glifosato, en una cantidad de 13% a 18% en peso de la totalidad de ácido glifosato, amoníaco, agua y coadyuvante añadida al reactor.
15. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-14, siendo el procedimiento un procedimiento continuo realizado en un reactor continuo que comprende:
 - una cámara alargada sustancialmente cerrada que tiene (i) una abertura en el extremo de entrada adecuada para la introducción del ácido glifosato en partículas, (ii) una abertura en el extremo de salida adecuada para descargar la composición de pasta de glifosato amónico, y (iii) entre los extremos de entrada y salida uno o más puertos adecuados para la introducción de amoníaco y agua y teniendo dispuestos en el reactor
 - uno o varios ejes rotatorios, cada uno en un eje paralelo a la dimensión alargada de la cámara, teniendo cada uno uno o varios elementos de tornillo coaxiales con el eje y una pluralidad de varillas y/o paletas dispuestas radialmente de manera que la rotación de los ejes produce uno o varios de los efectos siguientes (i) el suministro del ácido glifosato a la cámara a través de la abertura del extremo de entrada; (ii) la mezcla del ácido glifosato, el amoníaco, el coadyuvante y el agua para formar una masa de reacción que tiene una gran interfase gas-pasta; (iii) el transporte de la masa de reacción y la composición de la pasta de glifosato amónico resultante hacia el extremo de salida de la cámara, y (iv) la descarga del producto glifosato amónico desde la abertura del extremo de salida.
16. El procedimiento de la reivindicación 15, en el que (i) se suministra ininterrumpidamente ácido glifosato en forma de torta húmeda por elementos de tornillo dispuestos en la abertura en el extremo de entrada de la cámara de

ES 2 316 554 T3

manera que no se forme un espacio continuo de aire que permitiría un retroescape de amoníaco en el extremo de entrada; (ii) la velocidad de rotación del eje es tal que el tiempo de permanencia del ácido glifosato en la cámara sea suficiente para permitir que la reacción de formación de la composición de pasta de glifosato amónico sea total; y (iii) el amoníaco se inyecta a través de un puerto situado a una distancia desde el extremo de salida suficiente para que sustancialmente no haya purga del amoníaco desde la abertura en el extremo de salida.

17. El procedimiento continuo de cualquiera de las reivindicaciones 15 y 16 para preparar una composición de pasta de glifosato amónico, procedimiento que comprende:

suministrar continuamente (i) ácido glifosato en partículas, (ii) amoníaco, (iii) agua y (iv) coadyuvante a un reactor que opera en régimen continuo para formar una masa de reacción en la que se forma glifosato amónico y se genera calor por reacción del ácido glifosato y el amoníaco, siendo la cantidad del suministro de agua de 10% a 25% en peso de la totalidad de ácido glifosato en partículas, amoníaco, agua y coadyuvante suministrada al reactor;

reducir el contenido de agua de la masa de reacción a de 2% a 15% en peso usando el calor de la reacción de ácido glifosato y amoníaco para causar la evaporación de agua y formar la composición de pasta de glifosato amónico;

conducir la composición de pasta de glifosato amónico a una zona de descarga de producto del reactor.

18. El procedimiento de la reivindicación 17, procedimiento que además comprende añadir uno o varios coadyuvante(s) a la composición de pasta de glifosato amónico para formar una mezcla extruible de glifosato amónico, y

suministrar continuamente la mezcla extruible de glifosato amónico a una extrusora que tiene una entrada, un elemento transportador y una salida, estando constituida esencialmente la salida por un tamiz a través del cual se extruye la mezcla extruible de glifosato amónico para formar barras extruidas que se rompen o cortan para formar gránulos coherentes húmedos.

19. El procedimiento de la reivindicación 18 en el que las aberturas del tamiz tienen un diámetro de 0,5 mm a 2 mm.

20. El procedimiento de la reivindicación 18, en el que las aberturas del tamiz tienen un diámetro de 0,6 mm a 1,2 mm.

21. El procedimiento de la reivindicación 18 que además comprende clasificar o moler los gránulos para eliminar o reciclar gránulos, fragmentos de gránulos y agregados de gránulos que están fuera del intervalo de tamaños deseado.

22. El procedimiento de la reivindicación 18 en el que, si el contenido de humedad de la pasta de glifosato amónico al terminar la reacción es mayor que 10% en peso, se aplica calor y/o vacío para reducir el contenido de humedad de la pasta a de 5% a 10% en peso antes de formar la mezcla extruible de glifosato amónico.

23. El procedimiento de la reivindicación 18 que además comprende romper o cortar las barras extruidas para formar los gránulos.

24. El procedimiento de la reivindicación 18 que además comprende rodar y/o voltear los gránulos húmedos para impartir a los gránulos una forma más esférica y una mayor uniformidad de tamaños.

25. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-24, en el que el ácido glifosato en partículas, el amoníaco, el agua y el coadyuvante se añaden al reactor de manera que el ácido glifosato en partículas, el amoníaco, el agua y el coadyuvante se mezclan antes de una exposición sustancial del ácido glifosato al amoníaco.

26. El procedimiento de la reivindicación 25, en el que el ácido glifosato en partículas, el agua y el coadyuvante se premezclan antes de introducirlos en el reactor.

27. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-26, en el que el coadyuvante se selecciona de manera que (i) la velocidad a la que reaccionan el ácido glifosato y el amoníaco para formar glifosato amónico aumenta o (ii) la resistencia al deslizamiento de la masa de reacción y la composición de pasta de glifosato amónico formada seguidamente se reduce a medida que van siendo conducidas a la región de descarga del producto del reactor.

28. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que el coadyuvante se selecciona de manera que el consumo de energía del reactor se reduce en como mínimo 5%, preferiblemente en como mínimo 10%, más preferiblemente en como mínimo 20%.

29. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que la velocidad a la que reaccionan el ácido glifosato y amoníaco para formar glifosato amónico es como mínimo de 0,05 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor, preferiblemente de como mínimo 0,1 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor, más preferiblemente de como mínimo 0,3 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor o como mínimo de 0,4 mol-gramo/min-litro de volumen del reactor.

ES 2 316 554 T3

30. El procedimiento de la reivindicación 18, en el que el coadyuvante se selecciona de manera que la producción de la extrusora se incrementa en como mínimo 5%, preferiblemente en como mínimo 25%, más preferiblemente en más de 50%.

5 31. El procedimiento de la reivindicación 18, en el que la mezcla extruible de glifosato amónico es de una consistencia tal que las barras extruidas se rompen espontáneamente después de la extrusión formando los gránulos.

32. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 6, 14 o 18, en el que la pasta de glifosato amónico se puede procesar corriente abajo sin reducir más el contenido de humedad

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

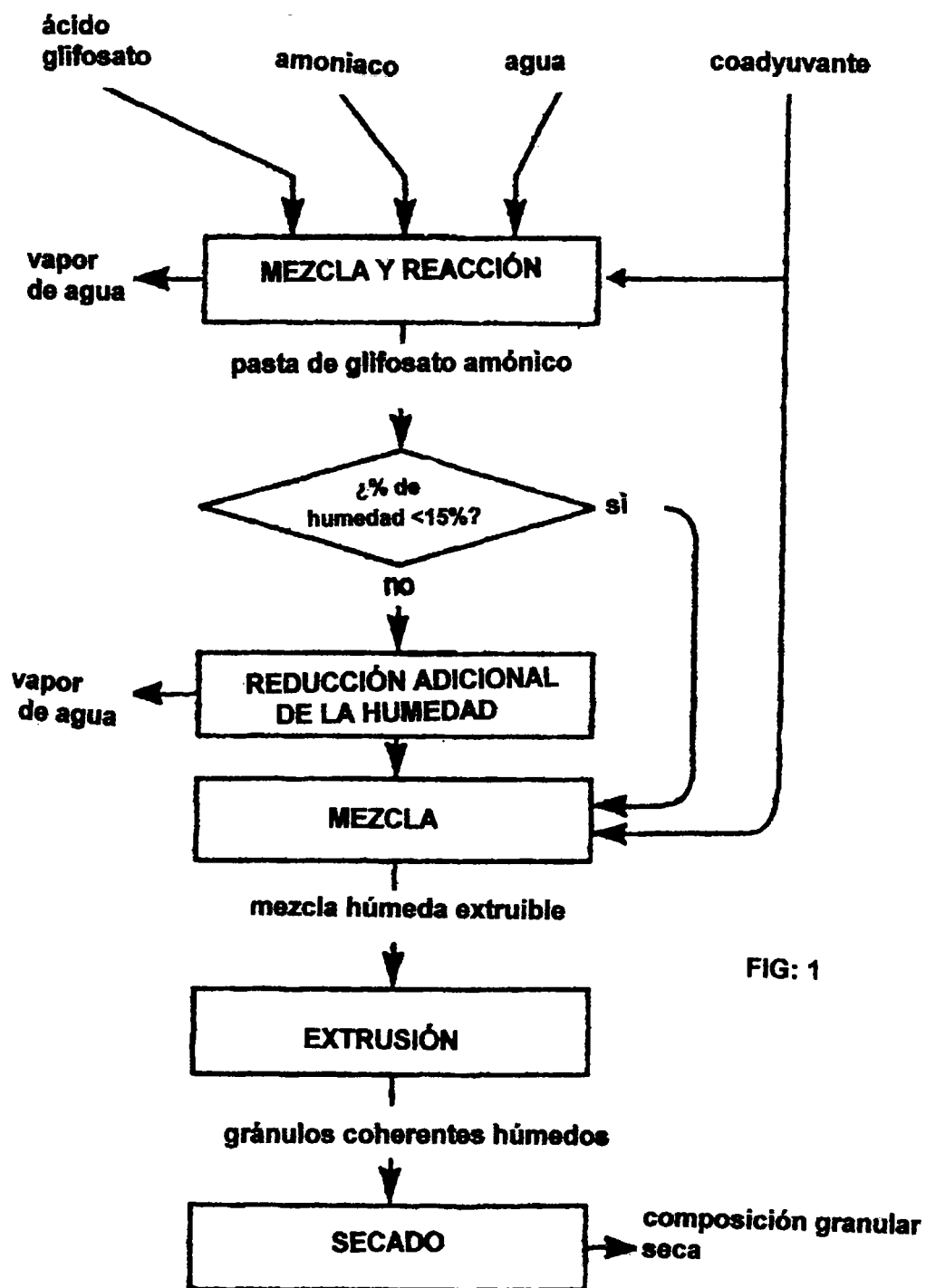


FIG: 1

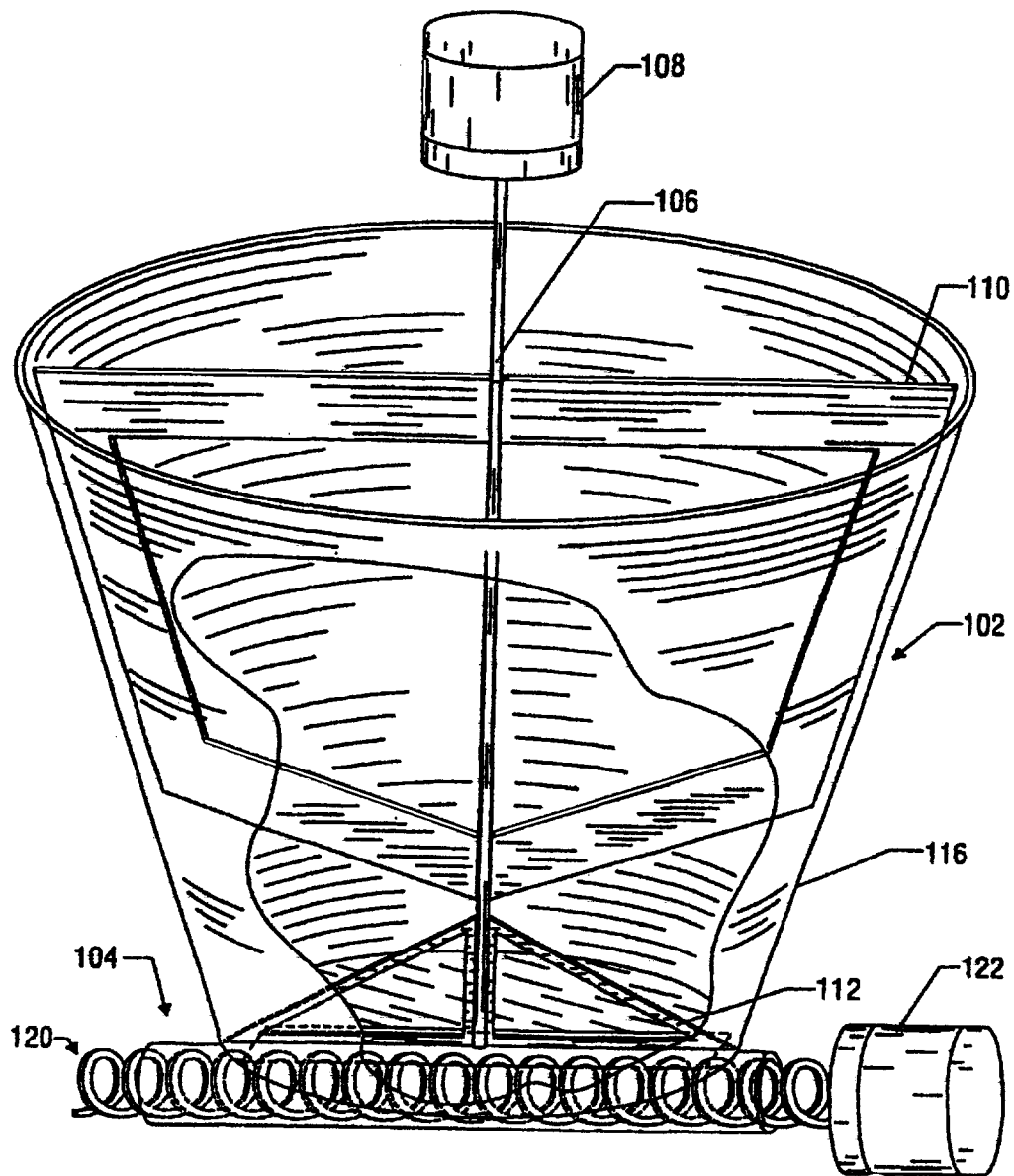


FIG. 2

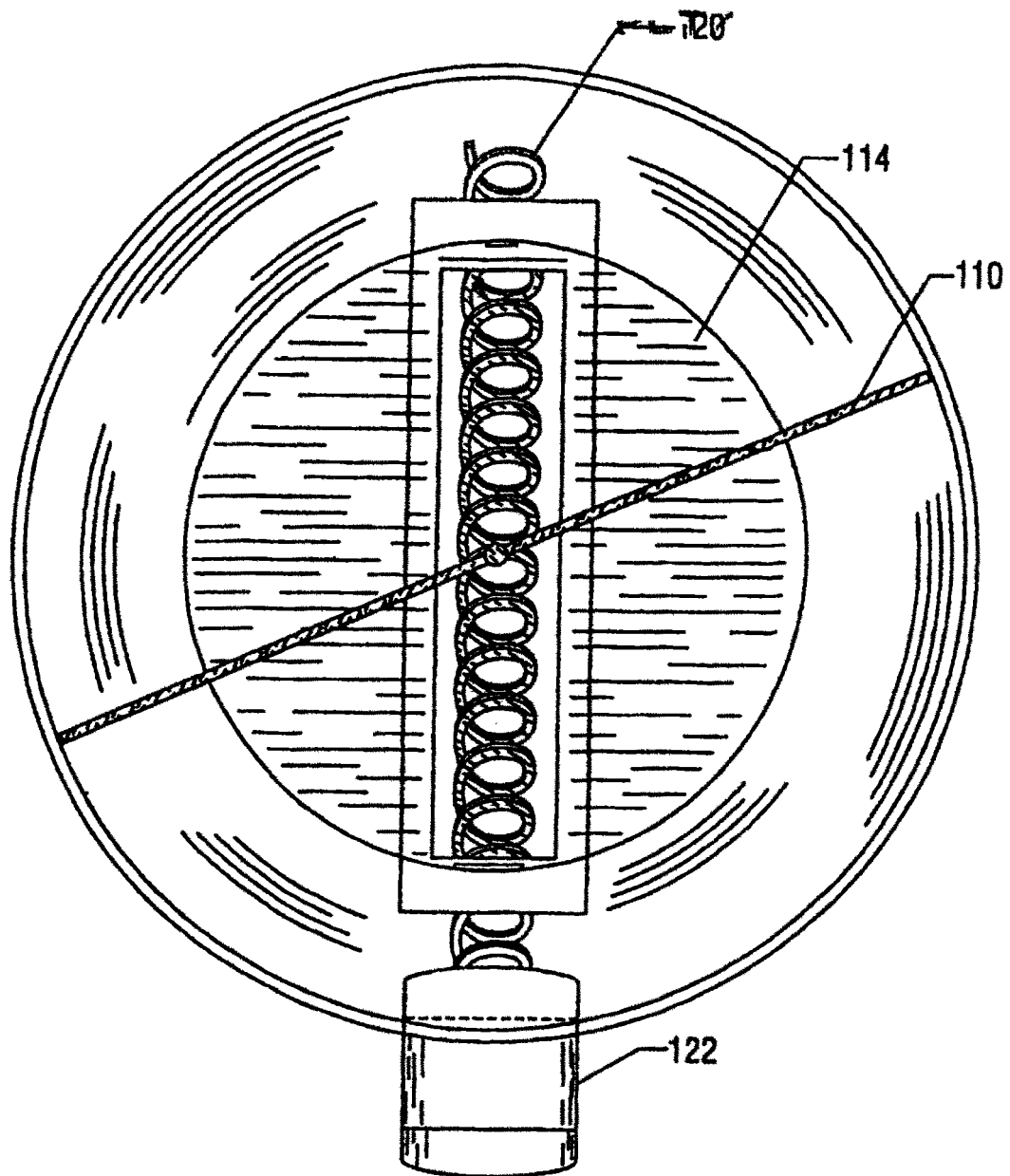


FIG. 3

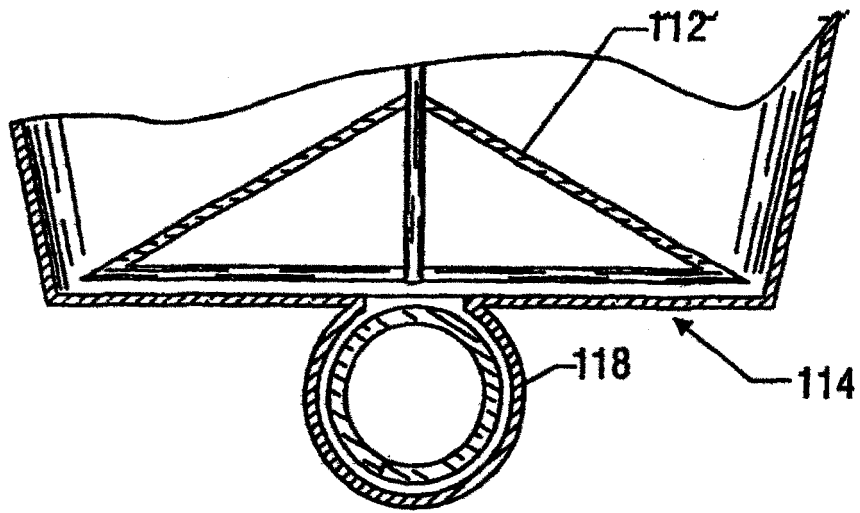


FIG. 4