



**DATOS DEL SOLICITANTE**

(71) Nombres y Apellidos o Razón Social

**MONSANTO COMPANY**

No de identificación

Representante Legal (Persona Jurídica)

País de Domicilio

Estados Unidos de América

Departamento o Estado

Missouri 63167,

Dirección

St Louis

Ciudad

800 North Lindbergh Boulevard,

**(74) DATOS DEL APODERADO**

Nombre

EMILIO FERRERO

Dirección y Domicilio

Carrera 4 no 72-35 piso 4o ,

BOGOTA COLOMBIA

Ciudad

**DATOS DEL INVENTOR**

(72) Nombre del Inventor(es)

Richard M KRAMER

Identificación

15238 Kingsman Circle Chesterfield, Missoun 63017, Estados Unidos de América

Dirección

Ciudad

**DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION**

(73) Título de la Invención

**PROCESO PARA LA ELABORACION DE POLVO DE GLIFOSATO DE AMONIO**

PRIORIDAD REIVINDICADA

SI ☒

NO ☐

TIPO DE PRIORIDAD

ANDINA ☐

UNIONISTA ☒

(74) País

US

Convención de París

Fecha

29 de julio de 1999

No. Solicitud

60/146 281

Para Publicar a los ☐ 6 meses

☐ 12 meses

☒ 18 meses a partir de la fecha de la presente solicitud

Colo 01759-801-002-7

MLR/Mmm-18

(75) CLASIFICACION INTERNACIONAL

C05B

14/00

A01N-25:12

31 JUL. 2000

### RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso para preparar un polvo de glifosato de amonio adecuado para un procesamiento aguas abajo por extrusión para hacer una formulación granular que comprende glifosato de amonio y tensoactivo. El proceso comprende (a) mezclar (i) ácido de glifosato particulado sólido (ii) agua en una cantidad entre 0,5 a 3 partes en peso por parte en peso de ácido de glifosato, y (iii) una base que suministra cationes de amonio en una cantidad entre 0,8 a 1,25 moles equivalentes de amonio por mol de ácido de glifosato, para formar un medio de reacción acuoso, (b) permitir que el ácido de glifosato reaccione con la base en el medio de reacción para formar un producto de reacción que comprende una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio, (c) secar el producto de reacción, por ejemplo en un secador de tambor, para recuperar un sólido particulado, y (d) acelerar el sólido particulado en una corriente de gas de alta velocidad turbulenta por ejemplo en un molino de chorro, para formar por colisión de partícula a partícula un polvo de glifosato de amonio que tenga un tamaño de partícula medio entre 5 a 20  $\mu\text{m}$ .

### ANEXOS DE LA SOLICITUD

- |                                                                                                                           |                                     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|
| Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica                               | <input type="checkbox"/>            |
| Los poderes debidamente otorgados o mención de su protocolización ante la SIC                                             | <input type="checkbox"/>            |
| Recibo de la tasa respectiva <i>por vta de \$608.000 =</i>                                                                | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Recibo de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación                                                 | <input type="checkbox"/>            |
| Si se reivindica prioridad Andina                                                                                         |                                     |
| Copia de la primera solicitud                                                                                             | <input type="checkbox"/>            |
| Traducción oficial                                                                                                        | <input type="checkbox"/>            |
| Si se reivindica prioridad Unionista                                                                                      |                                     |
| Copia certificada de la primera solicitud                                                                                 | <input type="checkbox"/>            |
| Nota: Debe presentarse dentro de los tres (3) meses contados a partir de la fecha de radicación de la solicitud posterior |                                     |
| Traducción simple                                                                                                         | <input type="checkbox"/>            |
| Capítulo descriptivo                                                                                                      | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Dibujos planos necesarios <i>(1 pág)</i>                                                                                  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Capítulo reivindicatorio                                                                                                  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Tarjeta archivo propietarios según formato                                                                                | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Tarjeta archivo temático según formato                                                                                    | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Extracto para publicación según formato                                                                                   | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Arte final 12 x 12 cms y 6 x 6 cms                                                                                        | <input type="checkbox"/>            |
| Otros Documentos                                                                                                          | <input type="checkbox"/>            |

SOLICITO LA CONCESION DE LA PATENTE DE INVENCION Y DECLARO QUE LA INVENCION ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD

FIRMA

*Emilio Ferrero*

NOMBRE EMILIO FERRERO

CC 438.019 de Usaquén

TP No 31.929

PROCESO PARA LA ELABORACION DE POLVO DE GLIFOSATO DE

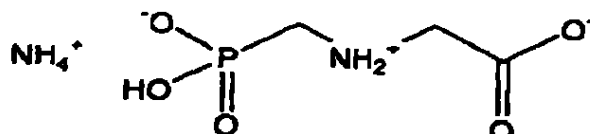
AMONIO

La presente invención se relaciona con la preparación de una formulación herbicida útil en agricultura y en otras situaciones donde se desee el control de malezas y otra vegetación. En particular, esta se relaciona con la preparación de un ingrediente herbicida activo, a saber N-fosfonometilglicina (glifosato) en la forma de la sal de amonio de esta, como un intermedio útil en el procesamiento adicional junto con un tensoactivo para hacer una formulación herbicida seca en forma de partículas soluble en agua o dispersable en agua.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los herbicidas de glifosato, especialmente herbicidas que comprenden sal soluble en agua de glifosato, son bien conocidos. Específicamente, la sal de monoamonio de glifosato se describe como un herbicida útil por ejemplo en la patente estadounidense No. 4,405,531 de Franz. A menos que el contexto afirme otra

cosa, el "glifosato de amonio" se refiere aquí a la sal de amonio de glifosato, que tiene la fórmula química



Se entiende que la proporción en moles de cationes de amonio a aniones de glifosato en tal sal no es necesariamente exactamente 1. Un ligero exceso molar bien sea de los cationes de amonio o de los aniones de glifosato, por ejemplo proporcionando un índice de moles de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 1,25, no es inconsistente con el término "glifosato de amonio" como se utiliza aquí.

El glifosato de amonio es la sal primaria de escogencia en la preparación de formulaciones herbicidas de glifosato seco. Una formulación "seca" como se establece aquí es una composición que es sólida, usualmente en partículas, en donde las partículas se agregan como en una composición granular o no se agregan como en un polvo. La palabra "seca" en este contexto no

implica que la formulación esté necesariamente libre de agua u otro líquido, solo que es seca al tacto. Las formulaciones secas pueden contener hasta aproximadamente 5% en peso de agua, pero más típicamente el contenido de agua es menor del 1% por ejemplo aproximadamente 0,5% o menos.

Las formulaciones secas de herbicidas de glifosato, como las formulaciones líquidas correspondientes, (normalmente acuosas), típicamente contienen uno o más tensoactivos además de la sal de glifosato. Los tensoactivos son componentes importantes de las formulaciones de glifosato porque, cuando una formulación de glifosato se diluye, se disuelve o se dispersa en agua para la aplicación por rociado al follaje de las plantas, los tensoactivos ayudan a la retención de las gotas del rociado en el follaje, la adhesión de las gotas de rociado a la superficie foliar y la penetración del glifosato a través de la cutícula hidrófoba que cubre la superficie foliar, por estos medios y posiblemente en otras formas mejorando la efectividad herbicida del rociado de glifosato. Tipos específicos de tensoactivos difieren grandemente del grado al cual ellos mejoran la efectividad herbicida del glifosato, y es por lo tanto,

seleccionar un tensoactivo o combinación de tensoactivos adecuados, como lo demostro Wrill & Burnside, Weed Science 25, 275-287, 1977.

La cantidad óptima de tensoactivo para suministrar la efectividad herbicida deseada está típicamente en el rango de aproximadamente 0,2 a aproximadamente una parte en peso de tensoactivo por parte en peso de glifosato, expresado como equivalente ácido (a.e ) Cuando se desea formular el herbicida glifosato en forma seca, puede ser difícil cargar tal cantidad de tensoactivo en la formulación sin que la formulación se haga pegajosa, teniendo la tendencia a volverse masa o a faltarle buena vertibilidad o propiedades de fluido.

Al menos 3 aproximaciones se conocen en la técnica para solucionar los problemas de proporcionar una cantidad suficiente de tensoactivo en una formulación de glifosato seco. La primer y más directa es agregar un portador de partícula inerte que pueda absorber o adsorber el tensoactivo en un grado suficiente para evitar los problemas mencionados anteriormente. El portador puede ser insoluble pero dispersable en agua, como en el caso del ejemplo de sílice en partículas, o

puede ser soluble en agua, como en el caso por ejemplo de sulfato de amonio. Sin embargo, la adición de tal portador reduce inevitablemente la carga máxima de herbicida glifosato que se puede acomodar en la formulación y por esta razón se agrega sustancialmente al costo por unidad de glifosato (a.e ) de la formulación resultante. A este respecto se debe reconocer que el costo del procesamiento de estos elementos significativo en el costo de una formulación seca, y el costo del procesamiento está dictado por el volumen del producto producido. Un producto que tiene que ser producido en gran volumen porque su carga de ingrediente activo es baja sufre por lo tanto de una carga significativa en el costo por unidad de ingrediente activo.

Una segunda aproximación, como se ilustra en la patente estadounidense No. 4,931,080 de Chan y Djafar, es seleccionar un tensoactivo que sea sólido a temperatura ambiente. En esta aproximación el tensoactivo se funde antes de mezclarse con el herbicida de glifosato en partículas y agua, de tal forma que al secarse y enfriarse el tensoactivo se solidifica para formar una matriz que circunda las partículas de herbicida. No se necesita de un portador inerte. Desafortunadamente la

lista de tensoactivos que son sólidos a temperatura ambiente excluyen muchos tensoactivos que están entre los más efectivos para potenciar la actividad herbicida del glifosato.

Una tercera aproximación, por lo tanto, como se ilustra en la patente estadounidense No. 5,656,572 de Kuchikata et al. (la patente 572), es seleccionar un tensoactivo que sea líquido a temperatura ambiente y asegura que las partículas del herbicida glifosato mismas absorban o adsorban una cantidad suficiente de tensoactivo para evitar los problemas de pegajosidad, conversión en masa y poca fluidez. La patente 572 enseña que esto se puede lograr más fácilmente si el tensoactivo seleccionado es aquel que gelifica cuando se agrega al agua. Sin embargo, también es claro que las propiedades de absorción y/o adsorción de las partículas del herbicida glifosato influyen grandemente la cantidad de un tensoactivo líquido que se puede incluir en una formulación.

El glifosato de amonio es la sal preferida para utilizarse en la preparación de formulaciones secas de glifosato por varias razones, pero quizás principalmente

por la razón de que el glifosato de amonio es relativamente no hidroscópico. Las sales favorecidas para la preparación de formulaciones acuosas, tal como la sal de isopropilamonio o la sal de trimetilsulfonio, son muy difíciles de secar hasta un estado cristalino y, una vez secas tienen la fuerte tendencia a reabsorber agua. La sal de sodio, descrita por ser útil en formulaciones de herbicida de glifosato secas, por ejemplo en la solicitud de patente internacional WO 87/04595, es mucho menos hidroscópica que estas sales pero a pesar que eso requiere empacarse con un material muy impermeable al agua para evitar la absorción de vapores de agua provenientes de la atmósfera y la consecuente pérdida de las propiedades de libre fluidez. La patente estadounidense No. 5,324,708 de Moreno et al Describe un proceso para la preparación de glifosato de monomonio no hidroscópico con, sin embargo, el glifosato de amonio seco preparado por cualquier proceso conocido es adecuadamente no hidroscópico para la mayoría de los propósitos prácticos.

La patente estadounidense No 5,266,553 de Champion & Harwell describe un proceso para la preparación de una composición soluble en agua que comprende una sal de un

compuesto herbicida que incluye una funcionalidad de ácido carboxílico. Este proceso comprende la formación de una solución acuosa o lechada de tal sal al hacer reaccionar el compuesto herbicida con una base neutralizante en la presencia de agua y luego de esto remover el agua para proporcionar la sal seca. El proceso está dirigido particularmente a herbicidas de ácido benzóico sustituido y a herbicidas de ácido carboxílico fenoxi sustituido, pero se dice que es útil también para glifosato. Como se indica adelante, el polvo de glifosato de amonio seco preparado mediante un proceso de reacción de lechada ha probado ser en forma general adecuado para una formulación corriente abajo con un tensoactivo.

Los herbicidas comerciales en la forma de gránulos secos solubles en agua que contienen glifosato de amonio junto con un tensoactivo líquido incluyen los herbicidas Roundup® Dry, Roundup® Max y Rival®, mercadeados por la compañía Monsanto en varios países.

Numerosos procesos de granulación se han descrito los cuales son adecuados para la preparación de gránulos solubles en agua o dispersables en agua de glifosato de amonio con un tensoactivo líquido. Uno de tales procesos

es la granulación de batea. Sin embargo, un proceso de granulación más ampliamente utilizado para la formulación del glifosato de amonio seco es la granulación por extrusión. En un ejemplo de tal proceso es aquel que se describe ampliamente en la patente británica No. 1433882 (la patente 882), exceptuando que el ingrediente activo primarios a saber el glifosato de amonio, es soluble en agua en lugar de ser insoluble en agua como en el proceso de la patente 882. En este proceso ilustrativo, el glifosato de amonio se mezcla con un tensoactivo y una pequeña cantidad de agua para formar una mezcla húmeda extruible, la cual se estudia entonces para formar tiras de extruido que se rompen espontáneamente en el punto de extrusión o poco después de formar gránulos cilíndricos cortos, que luego se secan. El secado se conduce preferiblemente en un secador de lecho fluido. La cantidad de agua en la mezcla húmeda no es crítica para la operación. Si la mezcla es demasiado húmeda, las tiras de extruido no se rompen fácilmente para formar gránulos discretos. Además, las tiras de extruido tienden a pegarse unas con otras y/o formar grumos.. Si la mezcla es demasiado seca, los granos resultantes son friables y tienden a generar una cantidad significativa de material en partícula fino durante el secado o posteriormente,

durante el manejo de los gránulos empacados. Opcionalmente se puede insertar una etapa de rodado o tamboreado entre la extrusión y el secado, como lo enseña la patente estadounidense No. 5,443,764 de 5,443,764 de Lloyd, para mejorar la uniformidad del tamaño de la forma del gránulo.

El proceso por medio del cual el glifosato de amonio, utilizado como un intermedio en la elaboración de la formulación terminada, se prepara se ha encontrado que afecta en gran grado las propiedades de absorción y/o de absorción del glifosato de amonio en partículas con respecto al tensoactivo líquido. Las propiedades de adsorbancia y absorbancia de las partículas de glifosato de amonio son especialmente importantes donde, es deseable el caso, un proceso de extrusión tal como aquel descrito en la patente 882 anteriormente referenciada se va a utilizar en la preparación de una formulación terminada.

Una reacción de estado sólido de ácido de glifosato y bicarbonato de amonio, como se describe por ejemplo en la patente 572 anteriormente referenciada, tiende a producir un glifosato de amonio en partículas que tiene

una suficiente absorbancia y/o absorbancia para permitir una formulación satisfactoria con hasta aproximadamente 25% en peso de un tensoactivo líquido tal como talowamina de polioxietileno. Como contraste, la reacción de una lechada acuosa de ácido de glifosato con amonio anhídrido o amonio acuoso (hidróxido de amonio) tiende a producir partículas de glifosato de amonio no absorbentes o no adsorbentes.

En razón a que el amonio anhídrido y acuoso son fuentes mucho menos costosas de cationes de bicarbonato de amonio, se han hecho numerosos esfuerzos para desarrollar procesos en donde el ácido de glifosato reacciona con amonio anhídrido o acuoso, en donde todavía el glifosato de amonio resultante es adecuado para formulación corriente abajo con tensoactivo, especialmente un tensoactivo líquido. Hasta la fecha se ha logrado éxito <sup>6</sup> solo cuando ocurren las reacciones en presencia de muy pequeñas cantidades de agua, por ejemplo aproximadamente 7 partes o menos en peso de agua por 100 partes en peso de ingredientes secos. La patente estadounidense No 5,614,468 de Kramer et al., describe tal proceso en donde ácido sólido de glifosato en partículas reacciona con amonio acuoso, y la patente

estadounidense No. 5,633,397 de Gillespie et al., describe tal proceso en donde ácido sólido de glifosato en partículas reacciona con un gas de amonio anhídrido.

Los procesos en donde la reacción ácido-base tiene lugar en un medio acuoso, que generan una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio, son más fáciles de controlar que los procesos de estado sólido anteriores. Además, la naturaleza exotérmica de la reacción incrementa la necesidad de disipar el calor, lo que permite muchos menos problemas en el medio acuoso en razón de la mucha mayor facilidad de asegurar la mezcla adecuada y de esta manera intercambio de calor que es posible en un proceso de estado sólido. Existe por lo tanto una larga y sentida necesidad en la técnica de desarrollar un proceso de lechada acuoso para la elaboración de glifosato de amonio en donde el glifosato de amonio producido es adecuado para la formulación corriente abajo con suficiente tensoactivo, en particular suficiente tensoactivo líquido para proporcionar una formulación seca en polvo o granular que tiene un alto grado de efectividad herbicida exhibiendo todavía buenas propiedades de almacenamiento sin convertirse en masa y buenas propiedades de fluidez

14

La presente invención proporciona exactamente tal proceso.

#### BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

La figura 1 muestra un diagrama de flujo de proceso de un proceso de la invención

#### RESUMEN DE LA INVENCION

Se proporciona ahora un proceso para la preparación de polvo de glifosato de amonio que comprende (a) mezclar (i) ácido sólido de glifosato en partículas, (ii) agua en una cantidad de aproximadamente 0,5 a aproximadamente tres partes en peso por partes en peso de ácido de glifosato, y (iii) una base que suministra cationes de amonio, en una cantidad de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 1,25 equivalentes de moles de amonio por moles de ácido de glifosato, para formar un medio de reacción acuoso; (b) permitirle al ácido de glifosato reaccionar con la base en el medio de reacción para formar un producto de reacción que comprende una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio, (c) secar el

producto de reacción para recuperar un sólido en forma de partículas; (d) acelerar el sólido en partículas en una corriente de gas de alta velocidad turbulenta, para formar mediante un atritión partícula-partícula un polvo de glifosato de amonio que tenga un tamaño de partícula media de aproximadamente 5 a aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ .

Preferiblemente el orden de mezcla en la etapa (a) es mezclar el ácido sólido de glifosato en partícula y agua con agitación para formar una lechada, y luego de esto agregar a la lechada, con agitación continua, la base que suministra los cationes de amonio.

Preferiblemente la etapa (c) comprende secar el producto de reacción al poner en contacto este con una superficie calentada para formar un depósito sólido sobre la superficie calentada y luego de esto recuperar el depósito sólido en la forma de un sólido en partículas.

En una modalidad adicional de la invención, se proporciona un proceso para la preparación de una formulación granular seca que comprende glifosato de amonio y uno o más tensoactivos, que comprenden las

etapas (a) a (d) como se describieron anteriormente, seguidas por (e) mezclar aproximadamente 75 a 90 partes en peso de polvo de glifosato de amonio con aproximadamente 10 a aproximadamente 25 partes en peso de uno o más tensoactivos, y con aproximadamente 3 a aproximadamente 10 partes en peso de agua por 100 partes en peso de ingredientes diferentes de agua, para formar una mezcla húmeda extruible, (f) una etapa de granulación que comprende extruir la mezcla húmeda para formar tiras extruídas que se rompen para formar gránulos coherentes húmedos, y (g) secar los gránulos para producir una formulación granular seca. Opcionalmente el proceso comprende una etapa adicional (h) de clasificar los gránulos secos para remover o reciclar los gránulos, fragmentos de gránulos y agregados de gránulos que están fuera del rango de tamaño deseado.

Preferiblemente la mezcla húmeda extruible formada en la etapa (c) es de una consistencia tal que las tiras de extruido formadas en la etapa (f) se rompen espontáneamente bajo extrusión para formar los gránulos. Sin embargo, opcionalmente, la etapa (f) comprende además romper o cortar las tiras de extruido para formar los granulos. Sea que la etapa (f) comprenda o no tal

operación de ruptura o cortado, opcionalmente la etapa (f) comprende hacer rodar y/o tamborear los gránulos húmedos para impartirle a los gránulos una forma más esférica y una mayor uniformidad de tamaño.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

En la primera etapa de un proceso preferido de la invención, es decir, etapas (a) como se definieron anteriormente, una parte en peso del ácido sólido de glifosato en partículas se agrega aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3 partes en peso de agua y suficiente agitación se aplica a esta para formar una lechada. El ácido de glifosato es preferiblemente muy dispersado en la lechada, pero la aglomeración de las partículas de ácido de glifosato en agregados pequeños no causa generalmente detrimento. Las cantidades relativas de agua y ácido de glifosato utilizadas para la elaboración de una lechada no son muy críticas dentro del rango indicado anteriormente. sin embargo, este generalmente es deseable producir, en la etapa (b), que sigue, una solución de glifosato de amonio de una alta concentración, por ejemplo aproximadamente 40% a aproximadamente 60% en peso; esto significa que en la etapa (a) por cada 100 kg

(sobre una base seca) de ácido de glifosato en la lechada es deseable tener aproximadamente 73 a aproximadamente 175 kg de agua.

Cualquier grado de ácido de glifosato en partículas se puede utilizar. El grado técnico de ácido de glifosato, por ejemplo en la forma de una masa húmeda que tiene aproximadamente 8% a aproximadamente 12% de contenido de humedad, se ha encontrado que es adecuado, pero si se desea que el ácido de glifosato se pueda presecar y/o triasentar. Donde una cantidad o concentración de ácido de glifosato o de glifosato de amonio se especifica aquí, se debe entender la exclusión de la unidad que puede estar presente pero no incluir cantidades menores o concentraciones de impurezas. La masa húmeda de ácido de glifosato grado técnico tiene típicamente un ensayo de glifosato, sobre una base seca, de aproximadamente 95% o mayor, que indica que tales impurezas constituyen menos de aproximadamente 5% en peso del ácido de glifosato grado técnico.

Otros materiales se pueden agregar opcionalmente o estar presentes en una lechada. Por ejemplo, una pequeña cantidad de sulfito de sodio se puede agregar para

inhibir la formación de nitrosamina. La agitación se requiere para elaborar y mantener la lechada homogénea; esta se puede suministrar mediante cualquier medio adecuado.

Ilustrativamente, una lechada se puede hacer al ubicar 75 kg de agua de un tanque, y agregar, con agitación, 100 kg de masa húmeda de glifosato a un contenido de humedad del 10% y, si se desea, 0,4 kg de sulfito de sodio.

En el mismo proceso preferido de la invención, una base que suministra cationes de amonio se alimenta entonces dentro del tanque de la lechada que contiene el ácido de glifosato con el fin de originar, en la etapa (b), una reacción ácido-base que forma el glifosato de amonio. Cualquier base que suministre cationes de amonio puede ser utilizada, incluyendo carbonato de amonio y carbonato de amonio. Sin embargo, se prefiere generalmente utilizar amonio acuoso o anhidro. Si el amonio acuoso (es decir hidróxido de amonio) se utiliza, la cantidad de agua suministrada por el amonio acuoso diluye además la lechada. Típicamente el amonio acuoso contiene aproximadamente 29% en peso de amonio y puede

por lo tanto considerarse para suministrar aproximadamente 71% de su peso como agua. Este debe ser un factor en el cálculo de la cantidad de agua utilizada en la elaboración de la lechada de ácido de glifosato. El amonio anhídrido se puede suministrar en estado líquido o gaseoso.

Aunque las etapas de mezcla y reacción (a) y (b) respectivamente se describen aquí por conveniencia y claridad como etapas separadas, se reconocerá por aquellos expertos en la técnica que la reacción ácido-base comienza tan pronto la primer porción de ácido o base se une en el medio de reacción acuoso. De hecho, la reacción puede ya estar sustancialmente completa en el momento de la adición de la base a la lechada.

Preferiblemente el amonio acuoso o anhídrido se agrega en una cantidad aproximadamente estequiométrica para dar como resultado la formación de glifosato mono amonio. Si se agrega menos de un mol equivalente de amonio por mol de ácido de glifosato, una fracción del ácido de glifosato permanecerá sin neutralizar. Si esta fracción es pequeña, por ejemplo menos de aproximadamente 20%, da como resultado la presencia de al menos

aproximadamente 4 moles de glifosato amonio por mol de ácido de glifosato no neutralizado, esto generalmente no es aceptable.

De otra parte, si más de un mol equivalente de amonio se agrega por mol de ácido de glifosato, una fracción de glifosato se puede considerar que está presente en la forma de sal de diamonio. El secado subsecuente del producto de reacción, en tal situación, tenderá a conducir a la volatilización del amonio. Por esta razón la cantidad de amonio agregado en la etapa (a) debe permanecer por debajo de aproximadamente 1,25 moles equivalentes por mol de ácido de glifosato. Sin embargo, se prefiere que aproximadamente 0,95 a aproximadamente 1,05 moles equivalentes de amonio se agreguen por mol de ácido de glifosato.

La reacción del amonio con el ácido de glifosato es exotérmico. La agitación continuada de la lechada en la etapa (b) es importante para proporcionar eficiente transferencia de calor así como también asegurar la completa y uniforme reacción. Con conversión de ácido de glifosato a glifosato de amonio, el glifosato se solubiliza en agua. El producto de la etapa de reacción

comprende por lo tanto una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio. Una solución acuosa "concentrada de glifosato de amonio" significa aquí una solución que contiene al menos aproximadamente 20% preferiblemente al menos 40%, y más preferiblemente al menos 55%, en peso de glifosato de amonio. El límite superior es el límite de la solubilidad del glifosato de amonio en agua, la cual es dependiente de la temperatura.

Mientras que el producto de reacción comprende tal solución acuosa concentrada, este también puede contener partículas sólidas no disueltas, en cuyo caso el producto de reacción se describe más precisamente como una lechada. Tales partículas sólidas no disueltas pueden ser de glifosato de amonio o de ácido de glifosato no neutralizado.

Se prefiere mantener el producto de reacción a una temperatura elevada, por ejemplo aproximadamente 65° a aproximadamente 65° a aproximadamente 85° C, para la solubilidad máxima del glifosato de amonio.

El siguiente paso del proceso es decir, la etapa (c) como se definió anteriormente, comprende secar este

producto de reacción. Cualquier método conocido de secado de una lechada o solución concentrada se puede utilizar; sin embargo, se ha encontrado, como se ilustra por medio del ejemplo 1 presente que el secado puede ser desarrollado ventajosamente mediante el contacto del producto de reacción con una superficie caliente para formar, primariamente mediante evaporación de agua, un depósito sólido sobre la superficie calentada. Los métodos de secado diferentes de aquellos que involucran el contacto con la superficie calentada, por ejemplo secado por destello y métodos de secado por rociado y modificaciones de estos, han producido generalmente resultado poco satisfactorios en términos de eficiencia de proceso.

La superficie calentada es preferiblemente la superficie de un cilindro tal como un tambor o rodillo, y es preferiblemente la superficie metálica que proporciona una superficie metálica que proporciona buena conductividad térmica mientras que no está sometida a corrosión en contacto con el producto de reacción de la etapa (b). Las superficies metálicas adecuadas se proporcionan, por ejemplo, con acero inoxidable o plato de cromo. En el caso de un cilindro, el calor se

proporciona preferiblemente a la superficie desde la fuente de calor o vector en el interior del cilindro. El vapor supercalentado se ha encontrado que es un vector de calor adecuado. La temperatura de la superficie calentada se puede controlar al ajustar la presión bajo la cual el vapor supercalentado se abastece al cilindro, presiones desde aproximadamente 250 a aproximadamente 1.000 kPa pueden ser ilustrativamente aplicadas, pero preferiblemente la presión del vapor es aproximadamente 500 a aproximadamente 900 kPa. Presiones de vapor mayores con estos rangos, que generan temperaturas de superficie mayores, tienden a conducir a un secado más rápido y completo. Las temperaturas no deben ser tan altas, ni el ~~y el~~ tiempo de residencia del depósito sólido sobre la superficie calentada tan largo, que el glifosato sufra descomposición térmica, un proceso que ocurre a 200-230° C como lo describió J. E. Franz et al. En American Chemical Society Monograph 189, Glyphosate a Unique Global Herbicide, 1997, pp 27 y 244. Algo de la volatilización del amonio se puede esperar durante la etapa de secado, pero dada la temperatura de la superficie caliente no es excesivo y el tiempo de residencia no es demasiado es generalmente mínima y no presenta problema.

Donde la etapa de secado involucra atomización del producto de reacción en un medio gaseoso calentado, como secado por destello o secado por rociado, el sólido resultante se recubre automáticamente en una forma de partícula. Sin embargo, en el caso de secado por contacto como se describe inmediatamente antes, un depósito sólido se forma sobre la superficie calentada y este tiene que ser recuperado por ejemplo mediante helado del depósito de la superficie. Típicamente tal acción de pelado rompe el sólido en una forma de partícula tal como velas, polvo grueso o gránulos, o cristales individuales. Cuando la etapa de secado se desarrolla eficientemente los contenidos de humedad del sólido en forma de partícula es típicamente inferior a aproximadamente 3% en peso y es preferiblemente inferior a aproximadamente 1,5%, más preferiblemente inferior a aproximadamente 1% en peso.

Será claro para aquellos expertos en la técnica de la descripción anterior que el tipo de aparato conocido como un secador de tambor o secador de rodillo puede proporcionar la superficie calentada requerida para la etapa (c) del presente proceso. También será claro que otros tipos de aparatos que tienen una superficie

calentada pueden similarmente ser adecuado. La descripción siguiente del uso de un aparato secador de tambor o rodillo para desarrollar la etapa (c) no debe ser considerada como limitante de la invención en el uso de tal aparato para desarrollar esta etapa del proceso. Los secadores de tambor o rodillo descritos, por ejemplo, en la Encyclopedia of Chemical Processing and Design, Ed. J. J. McKetta, vol. 17, Marcel Dekker, Inc., 1983, pp. 17-19., en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, quinta edición, vol. B2, Pub. VCH, 1988, pp. 4.25-4.27; y en Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, cuarta edición, vol 8, Pub John Wiley & Sons 1993, pp, 512-514. Otros diseños de secadores de contacto pueden ser sustituidos si se desea los cuales son descritos en estas publicaciones.

Los secadores de tambor pueden tener un tambor calentado rotatorio simple, o, más adecuadamente para el presente proceso, dos tambores calentados en paralelo que rotan en sentidos contrarios, uno en el sentido de las manecillas del reloj y el otro en sentido contrario a las manecillas del reloj. El eje de rotación es normalmente horizontal o muy cercano a la horizontal. En operación las superficies de los tambores en paralelo se separan

uno del otro por un espacio muy pequeño, generalmente ajustable conocido como el "pellizco". La amplitud del espacio, conocido como "claridad del tambor", en el "pellizco" se ajusta típicamente a aproximadamente 2 a aproximadamente 10 mm, preferiblemente aproximadamente 3 a aproximadamente 7 mm. Preferiblemente los tambores rotan de tal forma que las superficies convergen por encima del "pellizco", alimentado de esta manera cualquier material depositado en cualquiera o ambas de las superficies del "pellizco".

Al desarrollar la etapa (c) del presente proceso en tal secador de tambor, el producto de reacción de la etapa (b) se alimenta sobre las superficies de convergencia de los tambores en paralelo. La alimentación del producto de reacción puede ser mediante rociado, pero se obtiene mayor eficiencia generalmente al permitir que el producto de reacción fluya desde el tubo, la punta del cual oscila como un péndulo sobre las superficies de convergencia de los tambores y sobre el "pellizco". La velocidad de rotación de los tambores y la temperatura de la superficie se controla con el fin de permitir la evaporación de la mayor parte del agua en el producto de reacción por encima del "pellizco". Secado adicional

tiene lugar en la parte inferior del "pellizco" que da como resultado un depósito delgado más o menos continuo, sólido que se adhiere a la superficie de ambos tambores. Se ha encontrado que el proceso opera más eficientemente cuando el secado por encima del "pellizco" es tal que resulta en una acumulación de una masa gruesa del "pellizco".

En un secador de tambor típico, la hoja peladora estacionaria se dispone en forma paralela al eje de cada tambor, el borde de pelado de la hoja entra en contacto con la superficie del tambor. La hoja tiene un ángulo de tal manera que el borde de pelado se orienta contra el movimiento rotacional de la superficie del tambor. Como la superficie del tambor se mueve contra el borde de pelado de la hoja, cualquier depósito sólido sobre este remueve de la superficie y cae o es transportado a la tolva u otro vaso de recolección. Típicamente durante el pelado del material sólido se rompe en pequeñas hojuelas.

La localización precisa de las hojas de pelado con relación al "pellizco" de los tambores no es crítico, sino que se desea en forma general para un máximo secado permitir un periodo ligeramente largo de contacto del

depósito sólido con las superficies calentadas de los tambores, y por esta razón una ubicación adecuada para la hoja peladora para cada tambor es aproximadamente diametralmente opuesta al "pellizco", es decir, aproximadamente  $180^\circ$  desde el "pellizco" en el sentido de rotación del tambor, o ligeramente por encima de esta localización. Una ubicación típica es aproximadamente  $180^\circ$  a aproximadamente  $220^\circ$ , por ejemplo aproximadamente  $220^\circ$  desde el "pellizco".

Las hojuelas de material son reproducidas mediante el pelado del depósito sólido de la superficie calentada puede constituir el material sólido en forma de partículas que conduce a la etapa (b) del presente proceso. Sin embargo, tales hojuelas tienden a elevar la densidad de masa baja y son a menudo no eficientemente procesadas en la etapa (d). Por esta razón, se prefiere después de la recuperación del material seco moler las hojuelas para formar el material sólido en forma de partículas a ser utilizado en la etapa (d). Tal etapa de molienda opcional se denomina aquí como "premolienda" para distinguirla de la reducción del tamaño adicional que se presenta en la etapa (d).

La premolienda puede ser desarrollada en cualquier aparato adecuado, ejemplos no limitantes son los moledores mecánicos tales como el molidor de pasador o el molidor de martillo. El tamaño de partícula del material premolido es no crítico en tanto que el material sea adecuado para la alimentación del aparato descrito anteriormente para la etapa (d).

La etapa de formación de polvo de glifosato de amonio que tiene tamaño de partícula media de aproximadamente 5 a aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ , es decir etapa (d) del proceso de la invención como se definió anteriormente, es el aspecto del proceso que requiere más cuidadosa atención. Ha sido sorprendente encontrar que, de todos los tipos de aparatos conocidos en la técnica para la reducción del tamaño de partícula a menos de aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ , la mayoría son inadecuados en el presente proceso, por razones de eficiencia del proceso, calidad del producto para la formulación corriente abajo, o ambas. Se ha encontrado inesperadamente crítico el uso un aparato en el cual el sólido en forma de partícula de la etapa (c) se acelere en una corriente de gas turbulenta de alta velocidad, en donde el polvo de

glifosato de amonio del tamaño de partícula deseado se genera primariamente mediante atrition partícula-partícula.

Un aparato adecuado es un molino de energía fluida o molino de chorro como se describió, por ejemplo, en la Encyclopedia of Chemical Processing and Design, Ed. J. J. McKetta, vol. 50, Pub. Marcel Dekker, Inc., 1995, pp. 433-435; en Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry, quinta edición, vol. B2, Pub. VCH, 1998, pp. 5.33-5.35; en Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, cuarta edición, vol. 22, Pub. John Wiley & Sons, 1997, pp. 391-293; y en Perry's Chemical Engineer's Handbook séptima edición, Pub. McGraw-Hill, 1997. pp. 20.47-20.48. tal aparato se debe distinguir del molino mecánico en donde la reducción de las partículas ocurre primariamente por impacto del martillo o de elementos o pasadores de golpe. Algunos molinos mecánicos que tienen clasificadores de aire integrales, en los cuales el flujo de aire se utiliza para segregar las partículas de diferente tamaños; sin embargo en tales molinos, algunas veces llamados molinos de clasificación con aire, el agotamiento partícula-partícula que ocurre en el flujo de aire es secundario al empaque mecánico para reducir el

tamaño de la partícula. Los molinos de clasificación con aire no son encontrados adecuados para el uso en la etapa (d) del presente proceso, aunque ellos pueden ser utilizados en una operación de premolienda como se subrayó anteriormente.

En un molino de energía de fluido o de chorro, el tamaño de la partícula final logrado depende del tamaño de la partícula inicial y el tiempo de residencia en el molino, dependiendo el último a su vez del índice de alimentación. Entre más pequeña sea el tamaño de partícula inicial, mayor será el índice de alimentación al cual el molino pueda ser operado para producir partículas terminadas de un tamaño medio dado. Como los molinos de energía de fluido tienen mucho más consumo de energía que los molinos de impacto mecánico, es generalmente más económico premoler en un moler de impacto mecánico como se describió anteriormente, y completar la operación de reducción de tamaño en el molino de energía fluida.

La corriente de gas de alta velocidad turbulenta en la operación de molienda con energía de fluido o de chorro puede ser una corriente de aire, o

alternativamente nitrógeno u otro gas. Se han obtenido buenos resultados utilizando suministros de aire a presiones de 100 psig (690 kPa).

Dentro del último rango de tamaño de aproximadamente 5 a aproximadamente 20  $\mu\text{m}$  especificados aquí, entre más pequeño es el tamaño de partícula más adecuado es el polvo de glifosato de amonio para formulación corriente abajo. Esto es probablemente debido en parte al incremento progresivo en el área de superficie disponible para adsorción del tensoactivo en la medida en que el tamaño de partícula media se hace más pequeño. Preferiblemente, por lo tanto, el polvo de glifosato de amonio producido en la etapa (d) del presente proceso tiene un tamaño de partícula media de aproximadamente 5 a aproximadamente 15  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente aproximadamente 5 a aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ . Alternativamente, el polvo de glifosato de amonio producido en la etapa (d) preferiblemente tiene un área de superficie específica de aproximadamente 1,25 a aproximadamente 3  $\text{m}^2/\text{g}$ , más preferiblemente aproximadamente 1,5 a aproximadamente 3  $\text{m}^2/\text{g}$ . Idealmente, el polvo de glifosato de amonio producido en la etapa (d)

tiene un tamaño de partícula media de aproximadamente 5 a aproximadamente 7  $\mu\text{m}$  y un área de superficie específica de aproximadamente 2,25 a aproximadamente 3  $\text{m}^2/\text{g}$ .

Se debe notar, sin embargo, que mientras en el tamaño de partícula pequeño, probablemente a través de un área de superficie de atención grande, parece ser una condición necesaria para la buena procesabilidad corriente abajo como se describe aquí, no es una condición suficiente. Las partículas dentro del rango de tamaño de requisito se han hecho, <sup>por</sup> ejemplo con secado en tambor seguido por molienda con impacto mecánico, lo cual se ha encontrado inadecuado para formulación corriente abajo. No se sabe porqué las partículas formadas primariamente por el impacto partícula-partícula, como una energía de fluido o molienda de chorro han tenido propiedades más adecuadas para la formulación corriente abajo que partículas de tamaño similar formadas por otros medios.

Una modalidad de la presente invención proporciona un proceso en donde el polvo de glifosato de amonio preparado por las etapas (a) a (d) se procesa

adicionalmente con tensoactivos para hacer una formulación granular en etapas (e) a (g) y opcionalmente la etapa (h) como se definió anteriormente. Estas etapas (e) a (h) son conocidas en la técnica, pero no han sido exitosas previamente aplicadas a un polvo de glifosato de amonio producido mediante un proceso que involucra la reacción de ácido de glifosato y amonio en una lechada acuosa. Parece que el uso en la etapa (d) de una corriente de gas de alta velocidad turbulenta para efectuar la reducción del tamaño de partícula es la clave para posibilitar que se produzca glifosato de amonio en un proceso de lechada eficiente y económicamente en la forma de un procesamiento adicional vía las etapas (e) a (g) y opcionalmente (h).

En la primer etapa del proceso de formulación corriente abajo, es decir etapa (e) del proceso de la presente invención, el polvo de glifosato de amonio producido por las etapas (a) a (d) se mezclan en una cantidad de aproximadamente 75 a aproximadamente 85 partes en peso son aproximadamente 15 a aproximadamente 25 partes en peso de uno o más tensoactivos, y con aproximadamente 3 a aproximadamente 10 partes en peso de agua por 100 partes en peso de ingredientes diferentes a

agua, para formar una mezcla húmeda extruible que tiene un índice en peso de tensoactivo total a glifosato de amonio aproximadamente 1:9 a aproximadamente 1:3. El tensoactivo típicamente ayuda a condicionar una pasta para formar una mezcla húmeda extruible; sin embargo, una función principal del tensoactivo es mejorar la eficacia herbicida del producto terminado. El componente tensoactivo puede consistir de un tipo simple de tensoactivo, o este puede comprender dos o más materiales tensoactivos. Donde dos o más materiales tensoactivos se utilizan, ellos se pueden agregar individualmente al glifosato de amonio o ellos se pueden primero mezclar y luego agregar a la mezcla. Otros materiales que incluyen agua y/o glicoles, pueden opcionalmente ser mezclados con el tensoactivo o los tensoactivos antes de la adición al glifosato de amonio.

Cualquier clase de tensoactivo se puede utilizar; sin embargo, es generalmente preferido que al menos se agregue un tensoactivo en la etapa (b) sea catiónico o anfotérico. Una excepción es la clase de tensoactivos conocidos como alquilpoliglicósidos (APG), que son no iónicos pero que también están entre los tensoactivos preferidos para el uso con la presente invención. Entre

las clases ilustrativas de tensoactivos catiónicos y amfotéricos útiles en la invención están las sales de alquilaminos, alquilamoni, óxidos de alquilamonio, alquilbetainos, alquiloteraminas, sales de alquiloteramonio y óxidos de alquiloteramina. Los derivados de polioxietileno de tales tensoactivos catiónicos y amfotérico son particularmente preferidos. El término "alquilo" se utiliza en el presente contexto para denotar una o más cadenas de hidrocarbilo saturadas o insaturadas lineales o ramificadas que tienen aproximadamente 8 a 22 átomos de carbono.

Esta mezcla se puede hacer en cualquier paso adecuado tal como un amasador. Si más de un tensoactivo va a ser incluido, los tensoactivos pueden ser premezclados. El tensoactivo o la mezcla de tensoactivos se agrega preferiblemente en un estado líquido; aún en el caso de un tensoactivo líquido es generalmente de ayuda calentar el tensoactivo para convertirlo en una condición fácilmente fluible antes de agregarlo al glifosato de amonio. Los tensoactivos sólidos se pueden agregar en el estado sólido o alternativamente se pueden calentar a una temperatura por encima de su punto de fusión y agregarlo en el estado líquido. Los tensoactivos preferidos son

aquellos que son individualmente líquidos o en un estado fluible, en la ausencia de agua u otros solvente a 25° C.

La cantidad de agua agregada en la etapa (e) es importante. Existe un rango óptimo para la cantidad de agua agregada que varía dependiendo de la absorción y/o características de absorción del polvo de glifosato de amonio. Para un polvo que tiene unas características de absorción y/o adsorción muy favorables, el rango óptimo puede ser tan amplio como de aproximadamente 3 a aproximadamente 10 partes en peso de agua por 100 partes en peso de ingredientes diferentes a agua. Por encima de este rango óptimo, la mezcla húmeda resultante tiende a hacerse pegajosa, lo que da como resultado que la exclusión del extruído o de los gránulos formados de estos tiendan a aglomerarse. Por debajo del rango óptimo, la mezcla tiende a destruirse de manera difícil y el extruído de los gránulos formados de estos tienden a ser excesivamente friables.

Si el polvo tiene menos características de absorción y/o adsorción favorables el rango óptimo para la cantidad de agua agregada es típicamente más estrecho; en particular el límite superior del rango óptimo es

inferior. Si el polvo es intolerante a cualquier cantidad de exceso de agua de aproximadamente 5 partes en peso por 100 partes en peso de los ingredientes diferentes de agua, es generalmente inadecuado para formulación corriente abajo por un proceso de granulación por extrusión como se describe aquí.

En la etapa (e), la mezcla se continúa hasta que se obtenga una mezcla húmeda homogénea, preferiblemente que tenga una consistencia similar a masa. Los ingredientes diferentes a aquellos mencionados anteriormente se pueden agregar si se desea durante la etapa de mezclado.

La siguiente etapa, es decir, la etapa (f) de un proceso de la presente invención como se definió anteriormente, es una etapa de granulación que comprende extruir la mezcla húmeda para formar tiras de extruido que se rompen para formar gránulos coherentes húmedos. La extrusión es preferiblemente llevada a cabo utilizando un extrusor radial o de domo gemelo de baja presión. La mezcla húmeda se extruye a través de pantallas que tienen aberturas preferiblemente de diámetro aproximado 0,5 a aproximadamente 2 mm, más preferiblemente aproximadamente 0,6 a aproximadamente 1,2 mm. El extruido en que emerge

de las pantallas inicialmente forma tiras elongadas que tienden a romperse espontaneamente para formar gránulos cilíndricos pequeños Si las tiras no se rompen fácilmente puede ser necesario agregar un dispositivo de corte a la cabeza del extrusor, sin embargo, si el polvo de glifosato de amonio tiene las propiedades de absorción y/o adsorción deseadas y la cantidad de agua agregada está dentro del rango óptimo como se describió anteriormente, la operación de corte es usualmente innecesaria.

Inmediatamente después de la extrusión, los gránulos están húmedos y son coherentes, pero no son pegajosos y no se aglomeran En este punto los gránulos pueden, si se desea, ser sometidos a una acción de proceso en rodillo o tamboreo, por ejemplo en un tambor o esferonizador, para darles una forma más redondeada y para hacerlos más uniforme en tamaño.

La siguiente etapa. Es decir, la etapa (g) de un proceso de la presente invención se definió anteriormente, involucrando el secado de los gránulos. Cualquier método de secado conocido puede ser utilizado, pero un método preferido es el secado en lecho fluido.

Los gránulos son preferiblemente secados a un contenido de humedad por debajo de aproximadamente 1%, más preferiblemente por debajo de aproximadamente 0,5%, en peso.

En este momento los granulos secos se pueden empacar, pero se prefiere generalmente clasificar los gránulos, por ejemplo mediante tamizado, para retener solo aquellos en el rango de tamaño deseado. Esta es una etapa opcional (h) de un proceso de la presente invención como se definió anteriormente. un rango de tamaño ilustrativo a ser retenido es mayor de malla 40 (aproximadamente 0,6 mm) y mas pequeño de malla 5 (aproximadamente 5 mm) Los gránulos infradimensionados o fragmentos o agregados de estos se pueden reciclar al agregarlos a la mezcla húmeda antes de la extrusión.

#### EJEMPLOS

Los siguiente ejemplos se proporcionan con propósitos solo de ilustración y no pretenden limitar el alcance de la presente invención Los ejemplos permitirán el mejor entendimiento de la invención y la percepción de sus ventajas y ciertas variaciones de ejecución

### Ejemplo 1

En un programa de evaluación de métodos de secado para solución de glifosato de amonio concentrado tal como la que se produce al hacer reaccionar ácido de glifosato con amonio acuoso o anhídrido en una lechada, los siguientes sistemas y aparatos fueron ensayados

- A. secado de destello en un molino de clasificación con aire pulvocron<sup>TM</sup> PC-20 (Hosokawa Bepex Corp. Minneapolis, MN)
- B. secado por rociado en un secador por rociado Unison<sup>TM</sup> (Hosokawa Bepex Corp Minneapolis, MN)
- C. Secado por rociado en un secador por rociado (APV Anhydro, Copenhagen, Dinamarca).
- D Secado por rociado en un secador por rociado del lecho fluidizado (APV Anhydro, Copenhagen, Dinamarca).

E. Secado de contacto con un secador de tambor doble atmosférico Buflovak<sup>TM</sup> con dimensiones de 24 pulgadas por 24 pulgadas (600 mm x 600 mm) (Blaw Knox Corp , Buffalo, NY).

#### A. Secado por destello

Para estimular el producto de reacción de una lechada de ácido de glifosato con amonio, se preparo una solución de glifosato de amonio con 56% en peso al disolver glifosato de amonio seco, grado técnico (MON 8750 de Monsanto) en agua. Para asegurar la dispersión de los sólidos no disueltos, se agitaron tambores que contenían la solución de glifosato de amonio sobre un rodillo de tambor durante aproximadamente 90 minutos antes de los ensayos de secado por destello.

La solución de glifosato de amonio líquido se alimentó a un Pulvocron<sup>TM</sup> PC-20 mediante una bomba Moyno a índices de alimentación que varían desde 63,5 a 204 kg/h en ensayos individuales. En el Pulvocron el líquido se consiguió mediante aire calentado a temperatura que varía de 89° C a 268° C a un índice de flujo de aire que varía desde 23 a 36 m<sup>3</sup>/min en ensayos individuales. Platos de

golpeo en el Pulvocron arrojaban el líquido contra un forro segmentado mientras que el aire caliente desprendía por destello el agua. Varias combinaciones de platos de golpeo se instalaron en ensayos individuales.

En todos los ensayos, se presentó la constitución de material sólido seco sobre las paredes y los platos de golpeo del Pulvocron, taponando eventualmente el sistema y evitando la descarga del producto seco. Ninguna mejora se notó aún con la remoción de flashificador de aire del Pulvocron en un esfuerzo para mejorar la descarga. La retromezcla del material ya seco con la alimentación líquida tampoco ayudó.

#### B. Secado por rociado con un secador Unison

Los ensayos anteriores con secadores de rocío convencionales ajustados con atomizadores centrífugos, el líquido fue rociado hacia las paredes de la cama de secado pro rocío, donde se acumuló material seco. Ninguno de los materiales se descargó. Como contraste, el secador por rocío Unison™ utiliza un sistema de combustión pulsado para proporcionar una onda sónica que atomiza una alimentación de líquido. La atomización da como resultado

una liberación más suave de la alimentación del líquido dentro de la cámara mientras que existe mejor tendencia de contacto y <sup>o</sup>pro lo tanto la adhesión del material seco a las paredes.

El secador ensayado tenía una cámara de secado por rocío que tiene una sección cilíndrica superior de un diámetro de 1,8 m y una altura de 4,3 m, y una sección cónica inferior de 70° de 2,1 m de altura. El aire calentado y el líquido alimentado se introdujeron a la parte superior de la cámara y el aire y el producto seco se descargaron a través de un ducto de 300 mm de diámetro en el fondo. El producto seco se alimentó a un separador de ciclón y a una zona de bolsa para recolección.

Como líquidos de alimentación para el ensayo de este sistema, se prepararon soluciones de glifosato de amonio preparadas al disolver MON 8750 en agua como para el secado de destello anterior. Una solución de glifosato de amonio con 50% en peso se preparó para un ensayo, mientras que para los otros ensayos se utilizaron lechadas acuosas que contenían glifosato de amonio por encima de su límite de solubilidad. Estas lechadas

contenían 60% o 70% en total de "sólidos" es decir, incluyendo glifosato de amonio disuelto.

La alimentación líquida se precalentó a 32° C, 66° C y 74° C en ensayos individuales. Las temperaturas del aire fueron de aproximadamente 255° C. El índice de alimentación se ajustó a 182 kg/h. Se encontró que el 70% de la lechada de glifosato de amonio era demasiado viscosa para alimentarla eficientemente, mientras que el 50% de solución de glifosato de amonio, cuando se utilizó como la alimentación, dio como resultado una rápida constitución de un material vidrioso difícil de remover sobre las paredes de la cámara. Se cree que la ausencia de partículas sólidas en la alimentación inhibieron la cristalización rápida de glifosato de amonio, dando como resultado el depósito vidrioso.

Como contraste, el 60% de la lechada de glifosato de amonio, precalentada a 32° C o 66° C, dio un secado por rociado efectivo. Las producciones fueron de 90% y 77% respectivamente. Alguna constitución de un polvo blanco se observó sobre las paredes, particularmente en la sección cónica inferior cerca de la salida de descarga, pero esto fue insuficiente para afectar adversamente la

operación de secado por rociado. El contenido de humedad del producto varió desde 1,4% a 1,7% en peso.

En un ensayo repetido utilizando una lechada a 60% a 66° C, la salida de descarga se taponó con material libre y friable y el sistema falló después de 40 minutos.

#### C. Secado por rociado con un secador de rocío APV.

El secado por rocío ensayado en APV tenía un atomizador centrífugo y el cual posee una escoba par enfriar y barrer las paredes y el fondo de la cámara de secado por rociado. La cámara era cilíndrica con 3,0 m de diámetro y 3,0 m de altura con un fondo plano. La alimentación del líquido y el aire se introdujeron en la parte superior y el producto seco se descargó en el fondo. El producto se alimentó a un separador ciclónico y al sitio de bolsa para recolección.

La alimentación de líquido para todos los ensayos del secador por rociado APV fue de 60% de una lechada de glifosato de amonio preparada exactamente como para el ensayo Unison anterior.

Sin importar el índice de alimentación, la temperatura del aire y el flujo del aire a la escoba de aire, el producto secado en el secador por rociado APV cayó en la descarga. Se concluyó que este aparato no era adecuado para secar glifosato de amonio.

D. secado por rociado con un secador por rociado con lecho fluidizado APV

El secador utilizado para estos ensayos tenía una cámara de secado por rociado que tenía una sección cilíndrica superior de diámetro 1,5 m y altura 1,5 m y una sección cónica inferior de altura 0,9 m, que descarga a un lecho fluidizado inmediatamente por debajo. La descarga del lecho fluidizado fue desde el fondo por vía de un seguro de aire rotatorio. El material se alimentó desde el lecho fluidizado a un separador de ciclón, desde el cual las partículas finas fueron recicladas a la sección cónica de cámara de secado.

El mismo 60% de lechada de glifosato de amonio se utilizó como en los ensayos previos anteriores. La temperatura de entrada del aire en la cámara de secado por rociado fue de 215° C y en el lecho fluidizado de

100° C. Aproximadamente 30 kg de polvo de glifosato de amonio se agregó al lecho fluidizado para iniciar el sistema.

El producto seco falló en la descarga de la cámara de secado por rociado al lecho fluidizado en razón de la acumulación y el puenteo en la sección cónica de la cámara. Se cree que modificaciones del diseño podrían aliar este problema; sin embargo, de todas las pruebas conducidas se concluyó que el secado <sup>por</sup> rociado no era el método más apropiado para convertir una solución de lechada de glifosato de amonio a polvo seco a escala de manufactura.

#### E. secado por tambor

##### E-1: ensayo de factibilidad

Antes de intentar el secado de glifosato de amonio en un secador con tambor doble atmosférico de 24 pulgadas por 24 pulgadas Buflovak™, se llevó a cabo un estudio de factibilidad utilizando un modelo de laboratorio de 6 pulgadas x 6 pulgadas (150 mm x 150 mm). Las dimensiones (por ejemplo 6 pulgadas x 6 pulgadas) se refieren al diámetro y la longitud de cada tambor. El modelo de

laboratorio de 6 pulgadas x 6 pulgadas tiene un área de superficie total de tambor de aproximadamente 1,57 pies cuadrados ( $0,145 \text{ m}^2$ ), que representan aproximadamente 6,3% del área de superficie de un modelo de 24 pulgadas por 24 pulgadas, es decir, aproximadamente 25 pies cuadrados ( $2,31 \text{ m}^2$ ).

Para el estudio de factibilidad, se preparó una solución de glifosato de amonio al 49% al disolver MON 8750 en agua. Cuando se alimentó al secador de tambor a una temperatura de  $50^\circ \text{C}$ , la solución fue exitosamente secada a hojuelas que tenían un contenido de humedad de 1,2%. Un índice de producción de  $110,6 \text{ kg/m}^2/\text{h}$  se calculó.

#### E-2: primeras series de ensayo de escala escendente

Para estas series de ensayos, se preparó una lechada de glifosato de amonio de 59-60% en peso al disolver MON 8750 en agua. Aproximadamente 2-5% de glifosato de amonio permaneció no disuelto. La lechada se alimentó a un secador con tambor doble de 24 pulgadas sobre 24 pulgadas a una temperatura de  $74^\circ \text{C}$ , utilizando un sistema de alimentación de péndulo. Ambos tambores fueron calentados

internamente utilizando un vapor supercalentado, inicialmente a una presión de 95 psig (656 kPa), y se rotaron inicialmente a 3 rpm. En una corrida de aproximadamente 10-15 minutos, las hojuelas de glifosato de amonio de buena apariencia se produjeron las cuales tenían un contenido de humedad del 1,1% a índice de producción de 28,5 kg/m<sup>2</sup>/h.

Datos para estos y otros corrimientos, cada uno de aproximadamente 10-15 minutos donde se variaron varios parámetros, se muestran en la tabla siguiente.

| Corrimiento No.                            | 1    | 2    | 3    | 4                | 5               |
|--------------------------------------------|------|------|------|------------------|-----------------|
| % de glifosato de amonio en alimentación   | 59   | 59   | 59   | 60               | 51 <sup>1</sup> |
| Temperatura de alimentación °C             | 74   | 69   | 64   | 88 <sup>2</sup>  | 56              |
| Presión de vapor, kPa                      | 656  | 676  | 676  | 869              | 856             |
| Velocidad de rotación de los tambores, rpm | 3,0  | 4,5  | 6,0  | 5,0              | 3,5             |
| Claridad del tambor en el "pellizco", mm   | 4,6  | 4,3  | 4,3  | 4,4              | 4,6             |
| Índice de producción, kg/m <sup>2</sup> /h | 28,5 | 43,6 | 35,4 | 42,4             | 30,1            |
| % de contenido de humedad del producto     | 1,1  | 0,6  | 0,9  | 0,7 <sup>3</sup> | 0,7             |

<sup>1</sup> a esta reducida concentración de glifosato de amonio la alimentación fue una solución clara

<sup>2</sup> a esta temperatura incrementada la alimentación fue una solución clara

<sup>3</sup> la medida de las tres muestras variaron de 0,5% a 0,9% de contenido de humedad.

Las condiciones óptimas en estas series de ensayos parecían ser una lechada de glifosato de amonio de 59-60% y una velocidad de rotación del tambor de aproximadamente 4,5 a 5 rpm. Una producción mayor corrido, duró aproximadamente 60 minutos, fue por lo tanto hecha utilizando una lechada al 60% a una temperatura de alimentación de 66° C, 662 kPa de presión de vapor y 4,5 rpm de velocidad de rotación. La claridad del tambor en el "pellizco" fue ligeramente más estrecha de 3,0 ml. Este corrimiento fue muy exitoso, dando un producto que tiene un contenido de humedad de aproximadamente 0,8% a un índice de producción de 39,5 kg/m<sup>2</sup>/h.

#### E-3: segundas series a escala ascendente

La alimentación de glifosato de amonio para estas series de ensayos se hicieron al preparar una lechada acuosa de una torta húmeda de glifosato y neutralizando estequiométricamente con amonio acuoso para producir una solución o lechada de 58% en peso de glifosato de amonio. Para algunos ensayos esta alimentación fue ligeramente diluida con agua

Los corrimientos de los ensayos se hicieron utilizando un secador de tambor de 24 pulgadas x 24 pulgadas como en las series previas. Los datos se muestran en la tabla siguiente

| Corrimiento No.                            | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    |
|--------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Duración de corrimiento, minutos           | 15   | 60   | 292  | 15   | 60   | 60   | 175  | 53   |
| % de glifosato de amonio en alimentación   | 58   | 58   | 58   | 54   | 54   | 54   | 56   | 56   |
| Temperatura de alimentación °C             | 96   | 96   | 84   | 63   | 63   | 63   | 82   | 83   |
| Presión de vapor, kPa                      | 662  | 718  | 745  | 759  | 704  | 718  | 828  | 828  |
| Velocidad de rotación de los tambores, rpm | 4,3  | 4,5  | 4,5  | 4,3  | 4,3  | 4,0  | 4,0  | 3,0  |
| Claridad del tambor en el "pellizco", mm   | 3,3  | 4,3  | 4,0  | 3,3  | 3,0  | 3,0  | 3,0  | 7,3  |
| Índice de producción, kg/m <sup>2</sup> /h | 34,0 | 38,6 | 38,8 | 32,6 | 31,9 | 30,5 | 35,4 | 43,2 |
| % de contenido de humedad del producto     | 1,8  | 1,2  | 1,4  | 1,3  | 1,4  | 1,4  | 0,9  | 2,0  |

E-4: terceras series de ensayo de escala ascendente, la alimentación de glifosato de amonio para estas series de ensayos se hizo como para las series previas pero a una concentración inferior a los tres niveles de neutralización: estequiométrico (es decir, 100% de neutralización con amonio), 102% y 104%

Los corrimientos de los ensayos se hicieron utilizando un secador de tambor de 24 pulgadas x 24 pulgadas como en las series previas. Los datos se muestran en las tablas siguientes (n.r. = no registrado).

| Corrimiento No.                            | 1    | 2    | 3    | 4    | 5     | 6    | 7    |
|--------------------------------------------|------|------|------|------|-------|------|------|
| Duración de corrimiento, minutos           | 30   | 20   | 15   | 15   | 15    | 15   | 20   |
| % de glifosato de amonio en alimentación   | 45   | 45   | 45   | 45   | 45    | 45   | 45   |
| Grado de neutralización %                  | 100  | 100  | 100  | 102  | 102   | 102  | 102  |
| Temperatura de alimentación °C             | 82   | 83   | 82   | 97   | n, r, | 84   | 81   |
| Presión de vapor, kPa                      | 518  | 690  | 814  | 414  | 518   | 690  | 828  |
| Velocidad de rotación de los tambores, rpm | 5,0  | 5,0  | 5,0  | 5,0  | 5,0   | 5,0  | 5,0  |
| Claridad del tambor en el "pellizco", mm   | 2,7  | 5,2  | 6,7  | 3,0  | 3,0   | 3,3  | 3,6  |
| Índice de producción, kg/m <sup>2</sup> /h | 31,6 | 47,7 | 52,1 | 23,6 | 37,7  | 38,5 | 42,0 |
| % de contenido de humedad del producto     | 2,1  | 1,8  | 1,3  | 3,4  | 2,0   | 1,2  | 1,0  |

| Corrimiento No.                            | 8    | 9    | 10   | 11   | 12   | 13   | 14   | 15   |
|--------------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Duración de corrimiento, minutos           | 10   | 10   | 10   | 10   | 10   | 20   | 70   | 78   |
| % de glifosato de amonio en alimentación   | 45   | 45   | 45   | 45   | 45   | 45   | 45   | 45   |
| Grado de neutralización                    | 104  | 104  | 104  | 104  | 104  | 104  | 104  | 102  |
| Temperatura de alimentación °C             | 80   | 89   | 88   | 86   | 86   | 80   | 83   | 82   |
| Presión de vapor, kPa                      | 414  | 414  | 518  | 690  | 807  | 821  | 690  | 690  |
| Velocidad de rotación de los tambores, rpm | 3.0  | 5.0  | 5.0  | 5.0  | 5.0  | 3.0  | 5.0  | 5.0  |
| Claridad del tambor en el "pellizco", mm   | 3.3  | 3.3  | 3.6  | 3.3  | 5.2  | 5.5  | 3.3  | 3.3  |
| Índice de producción, kg/m <sup>2</sup> /h | 19.5 | 26.5 | 34.2 | 33.6 | 30.1 | 35.7 | 34.0 | 37.8 |
| % de contenido de humedad del producto     | 2.0  | 2.3  | 1.4  | 0.9  | 0.9  | 0.5  | 1.4  | 1.1  |

#### E-5: cuarta serie de ensayos de escala ascendente

Alimentación de glifosato de amonio para las series de ensayos hechas para preparar una lechada acuosa de una torta húmeda de glifosato y neutralizarla estequiométricamente con amonio acuoso para producir soluciones de lechadas de glifosato de amonio en varias concentraciones

Los corrimientos de ensayo fueron hechos utilizando el secador de tambor de 24 pulgadas x 24 pulgadas como en

las series previas. Los datos son mostrados en la tabla siguiente (n.r. = no registrado).

| Corrimiento No.                            | 1    | 2    | 3    | 4     | 5       | 6    |
|--------------------------------------------|------|------|------|-------|---------|------|
| Duración de corrimiento, minutos           | 101  | 99   | 140  | 134   | 140     | 129  |
| % de glifosato de amonio en alimentación   | 53   | n.r. | 47   | 59-64 | 57      | 59   |
| Temperatura de alimentación °C             | 77   | 82   | 74   | 81    | 79      | 79   |
| Presión de vapor, kPa                      | 814  | 821  | 814  | 828   | 828     | 828  |
| Velocidad de rotación de los tambores, rpm | 4,0  | 5,0  | 4,0  | 4,0   | 4,0     | 4,0  |
| Claridad del tambor en el "pellizco", mm   | 4,9  | 5,5  | 5,5  | 5,5   | 4,6-7,0 | 5,5  |
| Índice de producción, kg/m <sup>2</sup> /h | 47,7 | 54,8 | 45,4 | 45,7  | 46,2    | 52,1 |
| % de contenido de humedad del producto     | 1,6  | 1,3  | 4,5  | 1,2   | 1,6     | 1,2  |

De los ensayos descritos en el ejemplo 1 presente, es claro que el secado con tambor es un método de secado aceptable para una solución de glifosato de amonio concentrada preparada al hacer reaccionar ácido de glifosato y amonio en una lechada acuosa. La optimización adicional del proceso de secado puede fácilmente ser desarrollada por un experto en la técnica mediante ensayos de rutina.

Se ha encontrado que ni el producto intermedio de una etapa de secado por rociado ni aquel de la etapa de secado en tambor es adecuado directamente para un proceso aguas abajo por granulación por extrusión para hacer la formulación seca que contiene el tensoactivo. El glifosato de amonio particulado generado, sea secado por rociado o secado por contacto sobre una superficie calentada generalmente carece de las propiedades de absorción y/o adsorción necesarias para tal procesamiento aguas abajo y resultar en un producto granular de la calidad requerida. En otras palabras, el proceder directamente de la etapa (c) a la etapa (e) como se definió aquí no da resultados satisfactorios. La etapa (d), la etapa de reducción de tamaño, se esencial al proceso de la presente invención.

#### Ejemplo 2

Un programa de evaluación de métodos de reducción de tamaño para la etapa (d) fue llevada a cabo según se establece enseguida. Primero, un perezamiento de ensayo fue desarrollado para evaluar la adecuabilidad de los productos de varios métodos de reducción de tamaño para formulación aguas abajo con tensoactivo a través de un

proceso de granulación por extrusión. El procedimiento uso los siguientes aparatos de laboratorio:

- Un amasador Fuji Paudal KDHJ-60
- Un extrusor Fuji Paudal EXDCS-60
- Secador de lecho fluido Aeromatics STREA

El procedimiento fue adaptado para dos formulaciones. La formulación A tenia la siguiente composición en una base en seco de 100%:

|                                   |     |
|-----------------------------------|-----|
| Glifosato de amonio (MON 8750)    | 80% |
| Talowamina de polioxietileno (20) | 20% |

Mientras que la formulación B tenia la siguiente composición sobre una base en seco de 100%:

|                                                     |     |
|-----------------------------------------------------|-----|
| Glifosato de amonio (MON 8750)                      | 75% |
| Cloruro de N-metilestearilamonio de polietileno(15) | 10% |
| Dedecilfenol de polioxietileno (10)                 | 10% |
| Polietilen glicol, peso molecular promedio 8000     | 5%  |

El principio del procedimiento es que una muestra de glifosato de amonio particulado que tenga cualidades

favorables para granulación por extrusión con tensoactivo tolera la adicción de una mayor cantidad de agua a la mezcla húmeda extruible sin causar que el extrudado se vuelva excesivamente pegajoso, en comparación con una muestra que tiene calidades no favorables. Una muestra que tolera la adicción, por ejemplo, 10 partes en peso de agua por 100 partes en peso de ingredientes diferentes al agua (una cantidad referida aquí como "10% de agua"), es mucho más adecuada para la granulación por extrusión que una que tolera solamente 5 partes en peso de agua por 100 partes en peso de ingredientes diferentes al agua ("5% de agua").

El procedimiento para la formulación A fue como sigue.

1. Se agrego glifosato de amonio particulado, 16 kg, al amasador.
2. La camisa de agua del amasador fue llevada a una temperatura de 75°C por circulación de agua caliente en la camisa

3. Se calentó el tensoactivo de talowamina de polioxietileno (20), 4 kg, entre 60 a 80°C en un horno microondas.
4. El amasador fue encendido energizado y el tensoactivo calentada fue vertido lentamente (durante un periodo de 30 a 60 segundos) sobre el glifosato de amonio particulado.
5. Agua Lukewarm, 1 litro (5%), fue vertida lentamente dentro de la mezcla de glifosato de amonio y tensoactivo.
6. El amasador fue operado durante 10 minutos adicionales, manteniendo la temperatura de la camisa a 75°C, para producir una mezcla húmeda similar a masa.
7. La mezcla húmeda fue removida del amasador y alimentada al extrusor, establecido para correr a "0,5" de velocidad y con una malla de un mm instalada en la cabeza de la extrusión.

8. Una pequeña cantidad de la mezcla húmeda darse para establecer un estado estable y el extrudado entonces firmado fue regresado al amasador.
9. Cerca de 1 a 2 kg de mezcla húmeda fue extrudada.
10. La apariencia del extrudado se anoto. En particular, cualquier tendencia de los hilos del extrudado a romperse espontáneamente en segmentos (propiedad deseable) en oposición a que permanezcan como palitos alargados registrados, como fue cualquier tendencia de los hilos a pegarse juntos o a agregarse para formar manojos que no se podían separa fácilmente (una propiedad no deseable).
11. El extrudado fue transferido al secador del lecho fluido y secado a 70°C durante 20 minutos.
12. Los gránulos resultantes fueron tamizados para remover los sobre tamaños (malla 5) y los subtamaños de material (malla 40). Una evaluación táctil de los gránulos fue llevada a cabo para determinar si los gránulos eran duros y coherentes

(deseables), suaves y rompibles (no deseables) o pegajosos y húmedos al tacto debido a la presencia de un tensoactivo no absorbido (no deseable).

13. El procedimiento anterior fue repetido, excepto que la cantidad de agua agregada fue incrementada en 0,2 litros (1%) para cada repetición, hasta un máximo de 2 litros (10%).

14. Si es aceptable la granulación por extrusión, como se determino por la apariencia del extrudado húmedo y de los gránulos secados, ocurrió a un nivel de adicción de agua entre 5% a 10%, las propiedades del glifosato de amonio fueron consideradas adecuadas para el procesamiento aguas abajo para poder hacer la formulación A. Si no es aceptable la granulación de extrusión ocurrida a cualquier nivel de adicción agua entre 5% a 10%, las propiedades del glifosato de amonio fueron consideradas no adecuadas.

Para la formulación B, el procedimiento fue similar, excepto que las etapas 1 a 6 fueron como sigue.

1. Se agrego glifosato de amonio particulado, 15 kg, al amasador.
2. La camisa de agua del amasador se mantuvo a temperatura ambiente.
3. Una mezcla de 2 kg de tensoactivo cloruro de N-metil estearilamonio de polioxietileno (15) (Ethoquad<sup>TM</sup> 18/25 de Akzo), 2 kg de dodecilfenol de polioxietileno (10) (Rexol<sup>TM</sup> 65/10 de Huntsman) y 1 kg de polietilen glicol, de peso molecular promedio 8000, fueron calentados entre 55 a 65°C en un horno microondas. La mezcla agitada para asegurar un mezclado adecuado de las ingredientes.
4. El amasador se energizó y la mezcla caliente fue vertida lentamente (durante un periodo entre 30 a 60 segundos) sobre el glifosfato de amonio particulado.
5. Agua Lukewarm, 1 litro (5%), fue vertida lentamente dentro de la mezcla de glifosato de amonio y tensoactivo.

6. El amasador fue operado durante 5 minutos adicionales, manteniendo la camisa a temperatura ambiente, para producir una mezcla húmeda similar a masa.

En un programa de evaluación de los métodos de reducción de tamaño luego del secado por tambor del glifosato de amonio producido por la reacción del ácido de glifosato con amonio anhidroso o acuoso en una suspensión, los sistemas siguientes y aparatos fueron ensayados:

- A. Moler en un pulverizador Mikro-ACM<sup>TM</sup> modelo 10 molino de clasificación de aire (Micron Powder Systems, Summit, NJ).
- B. Moler en un molino de clasificación de aire Powderizer<sup>TM</sup> NSP 2 con y sin premolido usando un molino de pasador Simpactor<sup>TM</sup> (Sturtevant, Boston, MA).
- C. Moler en un molino clasificado de aire Strong-Scrot Pulvocron<sup>TM</sup> PC-20 (Hosokawa Bepex Corp.,

Minneapolis, MN) con y sin premolido usando un molino de martillo Commander™ modelo 2400 (Jacobson Inc., Minneapolis, MN).

D. Moler en un molino clasificado de aire Schutz-O'Neill Model 22H siguiendo un premolido usando un molino de martillo Commander™ (Jacobson Inc., Minneapolis, MN).

E. Moler en un molino clasificado de aire Prema™ modelo CLM35 (Prater Industries, Chicago, IL).

F. Moler en un Rotormill™ modelo 3000 (International Process Equipment Co., Pennsauken, NJ).

G. Moler en un molino de chorro Micronizer™ con y sin premolido en un Simpactor™ molino de pasador (Sturtevant, Boston, MA).

En cada caso en donde el equipo de reducción de tamaño opero exitosamente para suministrar un producto de glifosato de amonio finamente particulado, el producto fue caracterizado por su adecuabilidad para procesamiento

aguas abajo para hacer la formulación A y/o la formulación B por los procedimientos descritos en el ejemplo 2 anterior. Los productos también fueron caracterizados por medida de tamaño de partícula promedio, con un analizador de tamaño de partícula Brinkman<sup>TM</sup> modelo 2010 o un Coulter<sup>TM</sup> Ls 130 con un modulo de Microvolumen, usando 2-propanol como medio dispersante. Los productos fueron caracterizados adicionalmente por medidas del área de superficie específica con un analizador Digisorb<sup>TM</sup> 2500 B.E.T. usando kriptón como gas adsorbido.

#### A. Molino clasificado de aire Mikro-ACM<sup>TM</sup>

El pulverizador Mikro-ACM<sup>TM</sup> modelo 10 de Micron Powder Systems es un molino clasificado de aire que tiene un rotor tipo barra con una rueda clasificadora accionada separadamente y montada integralmente. Para los presentes ensayos el equipo fue ajustado sea por un rotor de martillo de 4 barras o con un rotor de pasador. La rueda clasificadora era una del tipo de 24 cuchillas largas o de tipo separador con 24 cuchillas cortadas a 30°. El refuerzo interior al molino fue del tipo multidefleccional o un tipo de cerámica suave. La

alimentación al molino fue de glifosato de amonio secado en tambor en la forma de hojuelas de 2 a 5 cm que tenían un contenido de humedad de 1% en peso y una densidad de masa de  $323 \text{ kg/m}^3$ .

En una serie de 10 corridas, un numero de parámetros fueron variados incluyendo el tipo de rotor, la velocidad del rotor (3500 o 7000 rpm), el tipo de refuerzo, el tipo de rueda clasificadora, la velocidad de rotación de la rueda clasificadora (700 a 3500 rpm), el flujo de aire (11,2 a 19,6  $\text{m}^3/\text{minutos}$ ), la velocidad de alimentación (23 a 305 kg/h) y la temperatura de alimentación (ambiente, por ejemplo entre 21 a 24°C, o enfriada a 14°C). La construcción significativa del producto fue observada al interior del molino en todas las corridas usando un refuerzo miltidefleccional. Sin embargo en dos de estas corridas una cantidad de polvo fue obtenida para caracterización de garantía. La construcción fue evitada cuando el refuerzo de cerámica suave fue instalado y la velocidad de rotor fue reducida. Los datos estan presentados en las tablas que siguen (n.t.= no ensayado).

|                                                   |           |          |          |         |              |
|---------------------------------------------------|-----------|----------|----------|---------|--------------|
| Corrida No.                                       | 1         | 2        | 3        | 4       | 5            |
| Duración de corrida, minutos                      | 117       | 15       | 9        | 7       | 16           |
| Tipo de rotor                                     | martillo  | martillo | martillo | pasador | Pasador      |
| Velocidad de rotor, rpm                           | 7000      | 7000     | 7000     | 7000    | 7000         |
| Tipo de refuerzo <sup>1</sup>                     | md        | md       | md       | md      | Md           |
| Tipo de rueda clasificadora <sup>2</sup>          | cortada   | cortada  | larga    | larga   | larga        |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm             | 3500      | 3500     | 3500     | 3500    | 3500         |
| Flujo de aire, m <sup>3</sup> /minuto             | 11,2      | 19,6     | 19,6     | 19,6    | 19,6         |
| Velocidad de alimentación, kg/h                   | 23        | 88       | 63       | 109     | 155          |
| Temperatura de alimentación, °C                   | 24        | 24       | 24       | 21      | 21           |
| Construcción no aceptable?                        | si        | si       | Si       | si      | Si           |
| Caracterización de productos:                     |           |          |          |         |              |
| Tamaño de partícula <sup>3</sup> , µm             | 8,6       | n.t.     | n.t.     | n.t.    | 16,3         |
| Area de superficie específica, cm <sup>3</sup> /g | 1,80      | n.t.     | n.t.     | n.t.    | n.t.         |
| Adecuabilidad por extrusión:                      |           |          |          |         |              |
| Formulación A                                     | n.t.      | n.t.     | n.t.     | n.t.    | n.t.         |
| Formulación B                                     | excelente | n.t.     | n.t.     | n.t.    | Excelescente |

| Corrida No.                                       | 6           | 7        | 8        | 9              | 10          |
|---------------------------------------------------|-------------|----------|----------|----------------|-------------|
| Duración de corrida, minutos                      | 11          | 10       | 5        | 9              | 7           |
| Tipo de rotor                                     | pasador     | martillo | martillo | pasador        | Pasador     |
| Velocidad de rotor, rpm                           | 7000        | 7000     | 7000     | 7000           | 7000        |
| Tipo de refuerzo <sup>1</sup>                     | md          | md       | md       | md             | Md          |
| Tipo de rueda clasificadora <sup>2</sup>          | larga       | larga    | Cortada  | larga          | larga       |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm             | 700         | 700      | 3500     | 1500           | 3500        |
| Flujo de aire, m <sup>3</sup> /minuto             | 19,6        | 19,6     | 19,6     | 19,6           | 19,6        |
| Velocidad de alimentación, kg/h                   | 258         | 305      | 89       | 293            | 117         |
| Temperatura de alimentación, °C                   | 24          | 24       | 14       | 24             | 24          |
| Construcción no aceptable?                        | si          | si       | Si       | si             | No          |
| Caracterización de productos:                     |             |          |          |                |             |
| Tamaño de partícula <sup>3</sup> , µm             | 54,8        | n.t.     | n.t.     | 31,2           | 45,1        |
| Area de superficie específica, cm <sup>3</sup> /g | n.t.        | n.t.     | n.t.     | 0,70           | n.t.        |
| Adecuabilidad por extrusión:                      |             |          |          |                |             |
| Formulación A                                     | n.t.        | n.t.     | n.t.     | n.t.           | n.t.        |
| Formulación B                                     | No es bueno | n.t.     | n.t.     | Línea de borde | No es bueno |

<sup>1</sup> md = tipo multidefleccional

<sup>2</sup> largo = tipo de 24 cuchillas largas; cortado = tipo 24 cuchilladas cortadas a 30°

<sup>3</sup> Brinkman

Solamente en la corrida numero 10, con instalación del refuerzo de cerámica suave, fue que el molino clasificado por aire Micro-ACM™ opero aceptablemente, pero el tamaño de partícula promedio (45,1µm) polvo resultante fue en este caso relativamente grande y no se

encontró adecuado para la formulación aguas abajo para el proceso de extrusión. Por esta razón, el molino de clasificación aire Micro-ACM™ fue juzgado como un aparato no satisfactorio para etapa de reducción de tamaño del presente proceso.

#### B. molino de clasificación de aire Powderizer™ NSP2

El molino de clasificación de aire es de Powderizer™ NSP2 de Sturtevant fue similar en muchos aspectos al Micro-ACM™ pero tenia diferente geometría interna y un patrón diferente de flujo de aire el rotor es ajustado con martillos. El Simpactor™ de Sturtevant es un molino de pasador que tiene un rotor que lleva una o 2 filas periféricas de pasadores que pasan entre los pasadores estacionarios como espigas de rotor. El material a ser molido es alimentado cerca del eje del rotor y pasa entre los pasadores de rotor y los pasadores estacionarios antes de ser descargado en la periferia. El molino de pasador fue usado para premoler las hojuelas del glifosato de amonio secado en tambor antes de molerlo en el molino clasificado de aire Powderizer™. En algunas corridas del Powderizer™, el glifosato de amonio fue

alimentado directamente en la forma de hojuelas, como en el ensayo anterior del Mikro-ACM<sup>TM</sup>.

En una serie de 8 corridas, un numero de parámetros fueron variados incluyendo el tipo de rueda clasificadora (de jaula corta o de jaula larga), la velocidad de rotación de la rueda clasificadora (2000 a 3800 rpm) y la velocidad de alimentación (126 a 554 kg/h). La velocidad de rotor fue mantenida constante a 5150 rpm. La construcción significativa del producto fue observada sobre la rueda clasificadora. En donde el molino de pasador Simpactor<sup>TM</sup> fue usado para premolido, este se opero a 3600 rpm con una velocidad de alimentación de 1452 kg/h. Los datos se dan en las tablas abajo (n.t. = no ensayado).

| Corrida No.                                           | 1           | 2           | 3           | 4           |
|-------------------------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Duración de corrida, minutos                          | 4           |             | 15          | 9           |
| Tipo de rueda clasificadora                           | Jaula corta | Jaula larga | Jaula larga | Jaula larga |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm                 | 3800        | 3800        | 3800        | 3800        |
| Premolido de alimentación?                            | No          | no          | No          | No          |
| Velocidad de alimentación, kg/h                       | 445         |             | 126         | 191         |
| Construcción no aceptable?                            | Si          |             | Si          | si          |
| Caracterización de productos:                         |             |             |             |             |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , $\mu\text{m}$      | 15,8        | n.t.        | 10,4        | 10,2        |
| Area de superficie especifica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 1,22        | n.t.        | 1,72        | 1,62        |

| Adecuabilidad para extrusión |           |     |     |     |
|------------------------------|-----------|-----|-----|-----|
| Formulacion A                | Aceptable | n t | n t | n t |
| Formulacion B                | No buena  | n t | n t | n t |

| Corrida No                                            | 5              | 6           | 7              | 8              |
|-------------------------------------------------------|----------------|-------------|----------------|----------------|
| Duración de corrida, minutos                          | 8              | 8           | 5              | 17             |
| Tipo de rueda clasificadora                           | Jaula larga    | Jaula larga | Jaula larga    | Jaula larga    |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm                 | 3000           | 2000        | 2000           | 3800           |
| Premolido de alimentacion?                            | No             | no          | Si             | Si             |
| Velocidad de alimentacion, kg/h                       | 259            | 451         | 554            | 152            |
| Construcción no aceptable?                            | Si             | Si          | Si             | Si             |
| Caracterización de productos                          |                |             |                |                |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , $\mu\text{m}$      | 12,1           | 18,3        | 16,8           | 10,5           |
| Área de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 1,28           | 1,01        | 1,10           | 1,38           |
| Adecuabilidad para extrusión                          |                |             |                |                |
| Formulación A                                         | Línea de borde | n t         | Línea de borde | Línea de borde |
| Formulacion B                                         | No buena       | n t         | No buena       | No buena       |

<sup>1</sup> en esta corrida el motor clasificador de aire se quemó y el ensayo fue abortado

<sup>2</sup> Coulter

La construcción significativa ocurrió en todas las corridas. Solamente una corrida generó polvo que fue adecuado para la formulación aguas abajo por extrusión, y luego para la fórmula A y no para la formulación B. el

tamaño de partícula promedio logrado en las corridas 5 y 8 fue menor a 15  $\mu\text{m}$ , aunque todavía la adecuabilidad para extrusión se encontró solamente en la línea de borde para la formulación A y no aceptable para la formulación B. el molino clasificado de aire Powderizer™ fue juzgado para estos ensayos como un aparato no satisfactorio para la etapa de reduccion de tamaño del presente proceso

#### C Molino clasificado de aire Pulvocron™PC-20

El Pulvocron™PC-20 de Strong-Scort esta descrito como un "molino de martillo movido por aire". Este difiere de otros molinos clasificados de aire ensayados en que esta dispuesto con un eje horizontal de rotación, lo mismo que utiliza un diseño diferente de rotor, o una placa golpeadora, y una rueda clasificadora. La rueda clasificadora es accionada independientemente. La proporción de volumen de flujo de aire a peso de sólido alimentado es alta, mas aun el flujo de aire es muy turbulento y es probable que la reducción de tamaño por colisión de partículas contra partícula ocurre a un grado significativo lo mismo que por impacto directo de partículas sobre la placa golpeadora Para propósitos

presentes, por lo tanto el Pulvocron<sup>TM</sup> puede ser considerado como un aparato que produce un flujo de gas de alta velocidad turbulento en donde ocurre una colisión de partículas a partículas.

El Commander<sup>TM</sup> modelo 2400 de Jacobson es un molino de martillo de balanceo que fue usado para premolido de las hojuelas de glifosato de amonio secadas en tambor antes de molerlas en el Pulvocron<sup>TM</sup> del molino clasificado de aire.

En una serie de 12 corridas del Pulvocron<sup>TM</sup> un numero de parámetros fueron variados incluyendo la velocidad de rotación de la placa golpeadora (5340 a 6970 rpm), la velocidad de rotación de la rueda clasificadora (2000 a 5500 rpm), el flujo de aire (26,2 a 29,4 m<sup>3</sup>/minutos) y la velocidad de alimentación (235 a 874 kg/h). En algunas corridas el glifosato de amonio secado en tambor fue alimentado directamente en la forma de hojuelas y en algunas corridas en glifosato de amonio premolido fue usado como la alimentación. Los datos se presentan en las tablas que siguen (n.t. = no ensayado).

| Corrida No                                        | 1    | 2          | 3              | 4          |
|---------------------------------------------------|------|------------|----------------|------------|
| Duración de corrida, minutos                      |      | 4          | 3              | 3          |
| Velocidad de placa golpeadora, rpm                | 7000 | 5340       | 6115           | 6115       |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm             | 5000 | 2000       | 2000           | 3500       |
| Flujo de aire, m <sup>3</sup> /minuto             | 26,2 | 28,4       | 27,8           | 27,8       |
| Premolido de alimentacion?                        | No   | no         | No             | No         |
| Velocidad de alimentacion, kg/h                   | 235  | 757        | 874            | 611        |
| Construcción no aceptable?                        | Si   | no         | No             | No         |
| Caracterizacion de productos                      |      |            |                |            |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , µm             | n t  | 15,6       | 13,5           | 11,2       |
| Area de superficie especifica, cm <sup>2</sup> /g | n t  | 1,47       | 1,17           | 1,34       |
| Adecuabilidad para extrusion                      |      |            |                |            |
| Formulacion A                                     | n t  | Acepta ble | Linea de borde | n t        |
| Formulación B                                     | n t  | Acepta ble | No buena       | Acepta ble |

| Corrida No                                        | 5    | 6              | 7          | 8          |
|---------------------------------------------------|------|----------------|------------|------------|
| Duración de corrida, minutos                      |      |                | 25         | 22         |
| Velocidad de placa golpeadora, rpm                | 6915 | 6100           | 5300       | 5300       |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm             | 4000 | 3500           | 2000       | 2000       |
| Flujo de aire, m <sup>3</sup> /minuto             | 29,4 | 28,1           | 28,5       | 28,2       |
| Premolido de alimentacion?                        | si   | si             | si         | Si         |
| Velocidad de alimentación, kg/h                   |      | 247            | 272        | 263        |
| Construcción no aceptable?                        | Si   | Si             | No         | No         |
| Caracterizacion de productos                      |      |                |            |            |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , µm             | n t  | 7,9            | 8,4        | 8,2        |
| Area de superficie especifica, cm <sup>2</sup> /g | n t  | 2,10           | 2,31       | 1,85       |
| Adecuabilidad para extrusión                      |      |                |            |            |
| Formulacion A                                     | n t  | Acepta ble     | Acepta ble | Acepta ble |
| Formulacion B                                     | n t  | Linea de borde | No buena   | No buena   |

| Corrida No                                        | 9         | 10             | 11        | 12             |
|---------------------------------------------------|-----------|----------------|-----------|----------------|
| Duración de corrida, minutos                      | 18        | 15             | 15        | 30             |
| Velocidad de placa golpeadora, rpm                | 5300      | 6100           | 5300      | 5300           |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm             | 2066      | 4060           | 5400      | 5500           |
| Flujo de aire, m <sup>3</sup> /minuto             | 28,2      | 28,2           | 28,2      | 27,4           |
| Premolido de alimentación <sup>1</sup>            | No        | no             | No        | Si             |
| Velocidad de alimentación, kg/h                   | 263       | 278            | 263       | 310            |
| Construcción no aceptable <sup>2</sup>            | no        | no             | No        | No             |
| Caracterización de productos                      |           |                |           |                |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , µm             | 8,8       | 9,5            | 8,7       | 9,1            |
| Área de superficie específica, cm <sup>2</sup> /g | 1,91      | 1,81           | 2,07      | 2,14           |
| Adecuabilidad para extrusión                      |           |                |           |                |
| Formulación A                                     | Aceptable | Línea de borde | Aceptable | Línea de borde |
| Formulación B                                     | No buena  | n t            | No buena  | n t            |

<sup>1</sup> producto fundido en molino

<sup>2</sup> Coulter

las condiciones de operación fueron establecidas para el Pulvocron<sup>TM</sup> lo que resultaría en una producción eficiente de polvo de glifosato de amonio que tenía gran tamaño de partícula promedio menor a 15 µm. Sin embargo a pesar del tamaño de partícula pequeño, el producto ni se encontró adecuado para el proceso por extrusión aguas abajo para hacer la formulación B, aunque el producto de

la mayoría de las corridas fueron aceptables para hacer la formulación A

D. molino clasificado de aire Schutz-O'Neill modelo  
22H

El molino clasificado de aire Schutz-O'Neill es similar al Pulvocron<sup>TM</sup> pero puede ser adecuado y ajustado con varias filas de placas golpeadoras. La rueda clasificadora es montada sobre el mismo eje que las placas golpeadoras. El clasificador es ajustado por medio de cambiar una placa de anillo sobre el clasificador y por medio la abertura de la válvula de reciclaje

En una serie de 7 corridas, los parámetros variados incluyeron el diámetro de la placa de anillo (3 cm o 10 cm), la abertura de la válvula de reciclado (5 cm o 12 cm) y la velocidad de alimentación (312 a 2813 kg/h). El molino fue operado a velocidad constante de 4600 rpm. En la mayoría de las corridas, la alimentación fue premolida usando un molino de martillo Commander<sup>TM</sup> como se describió anteriormente para Pulvocron<sup>TM</sup>. Los datos se dan en las tablas siguientes (n.t. = no ensayado).

|                                                       |      |      |            |      |
|-------------------------------------------------------|------|------|------------|------|
| Corrida No                                            | 1    | 2    | 3          | 4    |
| Duración de corrida, minutos                          | 3    | 3    | 3          | 13   |
| Diámetro de la placa de anillo cm                     | 3    | 3    | 10         | 3    |
| Abertura de la valvula de reciclado, cm               | 5    | 5    | 12         | 5    |
| Premolido de alimentación?                            | si   | si   | Si         | si   |
| Velocidad de alimentación, kg/h                       | 1134 | 2269 | 2813       | 625  |
| Construccion no aceptable?                            | no   | no   | No         | no   |
| Caracterización de productos                          |      |      |            |      |
| Tamaño de partícula <sup>1</sup> , $\mu\text{m}$      | n t  | 16,2 | 18,7       | 13,6 |
| Area de superficie especifica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | n t  | 1,29 | 1,09       | 1,43 |
| Adecuabilidad para extrusion                          |      |      |            |      |
| Formulación A                                         | n t, | n t  | Acepta ble | n t  |
| Formulación B                                         | n t  | n t  | No buena   | n t  |

|                                                       |                |      |                |
|-------------------------------------------------------|----------------|------|----------------|
| Corrida No                                            | 5              | 6    | 7              |
| Duracion de corrida, minutos                          | 12             | 13   | 11             |
| Diámetro de la placa de anillo cm                     | 3              | 3    | 3              |
| Abertura de la valvula de reciclado, cm               | 12             | 5    | 12             |
| Premolido de alimentación?                            | si             | no   | No             |
| Velocidad de alimentación, kg/h                       | 619            | 312  | 317            |
| Construccion no aceptable?                            | no             | no   | No             |
| Caracterización de productos                          |                |      |                |
| Tamaño de partícula <sup>1</sup> , $\mu\text{m}$      | 12,9           | 11,6 | 11,3           |
| Area de superficie especifica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 1,47           | 1,55 | 1,60           |
| Adecuabilidad para extrusion                          |                |      |                |
| Formulacion A                                         | Línea de borde | n t  | Línea de borde |
| Formulación B                                         | n t            | n t  | No buena       |

<sup>1</sup> Coulter

Las condiciones de operacion fueron establecidas para el molino clasificado de aire Schutz-O'Neill que resultaría en producción eficiente de polvo de glifosato de amonio con tamaño de partícula promedio menor a 15  $\mu\text{m}$ . Sin embargo, el producto no se encontró en general no aceptable para la extrusión aguas abajo para hacer la formulación A o la formulación B, aunque en una corrida dio un producto que fue aceptable para hacer la formulacion A.

E. molino clasificado de aire Prema™ modela CLM35

El molino clasificado de aire Prema™ de Prater Industries tiene un clasificador de aire accionado independientemente. Tiene un anillo de tamizado interno para suministrar una clasificación adicional. El rotor esta diseñado para suministrar dos etapas de molido dentro de la misma unidad. El material fino producido en la primera etapa es descargado del molino sin pasar a través de la segunda etapa.

En una serie de 14 corridas, los parámetros variados incluyeron la velocidad de rotor (5560 a 6650 rpm), la

velocidad (2000 a 4800 rpm), el flujo de aire (18,8 a 27,2 m<sup>3</sup>/minutos) y la velocidad de alimentación ( 51 a 173 kg/h). En algunas corridas, la alimentación fue premolida usando el molino de martillo Commander™ como se describió anteriormente para el Pulvocron™. Los datos se dan en las tablas que siguen (n.t. = no ensayado).

| Corrida No.                                       | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    |
|---------------------------------------------------|------|------|------|------|------|
| Duración de corrida, minutos                      | 12   | 47   | 3    | 6    | 4    |
| Velocidad de rotor, rpm                           | 6628 | 6628 | 6628 | 6628 | 6628 |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm             | 4800 | 4800 | 4000 | 4000 | 4000 |
| Flujo de aire, m <sup>3</sup> /minuto             | 19,3 | 19,1 | 18,8 | 25,7 | 26,6 |
| Alimentación premolida?                           | no   | no   | no   | no   | No   |
| Velocidad de alimentación, kg/h                   | 53   | 51   | 95   | 55   | 55   |
| Construcción no aceptable?                        | no   | si   | no   | no   | No   |
| Caracterización de productos:                     |      |      |      |      |      |
| Tamaño de partícula <sup>1</sup> , µm             | n.t. | 6,3  | 7,4  | 8,6  | 8,6  |
| Area de superficie específica, cm <sup>2</sup> /g | n.t. | 2,70 | 2,29 | 2,00 | 2,08 |
| Adecuabilidad por extrusión:                      |      |      |      |      |      |
| Formulación A                                     | n.t. | n.t. | n.t. | n.t. | n.t. |
| Formulación B                                     | n.t. | n.t. | n.t. | n.t. | n.t. |

| Corrida No.                           | 6    | 7               | 8    | 9    | 10   |
|---------------------------------------|------|-----------------|------|------|------|
| Duración de corrida, minutos          | 17   | 7               | 18   | 16   | 24   |
| Velocidad de rotor, rpm               | 6628 | 6628            | 6628 | 6628 | 6628 |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm | 4000 | 4000            | 3000 | 2000 | 3000 |
| Flujo de aire, m <sup>3</sup> /minuto | 26,6 | 23,6            | 26,8 | 26,9 | 26,9 |
| Alimentación premolida?               | no   | no              | no   | no   | si   |
| Velocidad de alimentación, kg/h       | 55   | 92              | 173  | 166  | 155  |
| Construcción no aceptable?            | no   | Si <sup>2</sup> | no   | no   | si   |
| Caracterización de                    |      |                 |      |      |      |

|                                                       |           |      |                |                |      |
|-------------------------------------------------------|-----------|------|----------------|----------------|------|
| productos:                                            |           |      |                |                |      |
| Tamaño de partícula <sup>1</sup> , $\mu\text{m}$      | 9,3       | 9,1  | 11,2           | 17,1           | 12,7 |
| Area de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 2,16      | 1,92 | 1,65           | 1,07           | 1,44 |
| Adecuabilidad por extrusión:                          |           |      |                |                |      |
| Formulación A                                         | aceptable | n.t. | Línea de borde | Línea de borde | n.t. |
| Formulación B                                         | No buena  | n.t. | n.t.           | n.t.           | n.t. |

|                                                       |                |      |                 |           |
|-------------------------------------------------------|----------------|------|-----------------|-----------|
| Corrida No.                                           | 11             | 12   | 13              | 14        |
| Duración de corrida, minutos                          | 26             | 26   | 16              | 29        |
| Velocidad de rotor, rpm                               | 6628           | 5560 | 5560            | 5560      |
| Velocidad de rueda clasificadora, rpm                 | 3000           | 3000 | 4022            | 3017      |
| Flujo de aire, $\text{m}^3/\text{minuto}$             | 26,9           | 27,2 | 27,0            | 27,1      |
| Alimentación premolida?                               | si             | si   | si              | No        |
| Velocidad de alimentación, kg/h                       | 103            | 103  | 59              | 93        |
| Construcción no aceptable?                            | no             | si   | No <sup>3</sup> | si        |
| Caracterización de productos:                         |                |      |                 |           |
| Tamaño de partícula <sup>1</sup> , $\mu\text{m}$      | 14,0           | 14,4 | 10,5            | 11,2      |
| Area de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 1,24           | 1,31 | 1,68            | 1,79      |
| Adecuabilidad por extrusión:                          |                |      |                 |           |
| Formulación A                                         | Línea de borde | n.t. | n.t.            | Aceptable |
| Formulación B                                         | n.t.           | n.t. | n.t.            | No buena  |

<sup>1</sup> Coulter<sup>2</sup> producto fundido en molino<sup>3</sup> corrida abortada por problemas mecánicos

EL molino Prema™ pudo ser operado de tal manera que suministró un polvo sin construcción no aceptable de material en el molino; sin embargo bajo estas condiciones el polvo producido es generalmente no adecuado para el proceso aguas abajo por extrusión. El producto de algunas corridas fue aceptable para hacer la formulación A pero no la formulación B.

F. Rotormill™ Modelo 3000

El Rotormill™ de International Process Equipment Co., tiene un rotor que comprende un eje vertical que lleva varios conjuntos de aletas y/o turbocuchillas para crear bolsillos de aire giratorio a altas velocidades. Las partículas que ingresan a estos bolsillos quedan sometidas a una reducción de tamaño por colisión principalmente unas con otras. El modelo 3000 tiene cuatro conjuntos de aletas y un conjunto de turbocuchillas y también una rueda clasificadora que gira sobre el mismo eje que las aletas y turbocuchillas.

En una serie de siete corridas, los parámetros variados incluyeron la remoción de turbo cuchillas y la velocidad de alimentación. La velocidad de rotor y de

clasificador fue constante a 2.150 rpm. En una corrida, la alimentación fue premolida usando molino de martillo Commander<sup>TM</sup> como se describió anteriormente para el Pulvocron<sup>TM</sup>. Los datos se presentan en las tablas abajo (n. T. = no ensayado).

| Corrida No.                                           | 1    | 2         | 3               | 4              |
|-------------------------------------------------------|------|-----------|-----------------|----------------|
| Duración de corrida, minutos                          | 4    | 18        | 2               | 18             |
| Turbocuchillas removidas?                             | No   | No        | No              | No             |
| Alimentación premolida?                               | No   | No        | No              | No             |
| Velocidad de alimentación, kg/h                       | 1000 | 830       |                 | 640            |
| Construcción no aceptable?                            | No   | Si        | Si <sup>1</sup> | No             |
| Caracterización de productos:                         |      |           |                 |                |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , $\mu\text{m}$      | 16,8 | 13,4      | n.t.            | 17,0           |
| Area de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 1,79 | 1,90      | n.t.            | 1.03           |
| Adecuabilidad por extrusión:                          |      |           |                 |                |
| Formulación A                                         | n.t. | Muy bueno | n.t.            | Línea de borde |
| Formulación B                                         | n.t. | No buena  | n.t.            | No buena       |

|                                                       |                 |          |                |
|-------------------------------------------------------|-----------------|----------|----------------|
| Corrida número                                        | 5               | 6        | 7              |
| Duración de corrida, minutos                          | 3               | 15       | 5              |
| Turbocuchillas removidas?                             | No              | Si       |                |
| Alimentación premolida?                               | No              | No       | No             |
| Velocidad de alimentación, kg/h                       |                 | 640      | 317            |
| Construcción no aceptable?                            | Si <sup>1</sup> | No       | No             |
| Caracterización de productos:                         |                 |          |                |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , $\mu\text{m}$      | n.t.            | 26,6     | 27,5           |
| Area de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | n.t.            | 0,68     | 0,77           |
| Adecuabilidad por extrusión:                          |                 |          |                |
| Formulación A                                         | n.t.            | No bueno | Línea de borde |
| Formulación B                                         | n.t.            | n.t.     | n.t.           |

<sup>1</sup> Coulter

<sup>2</sup> producto fundido en molino

<sup>3</sup> en esta corrida el material fue alimentado a través del molino dos veces

Solo una corrida del Rotomoll<sup>TM</sup> resultó en un tamaño de partícula promedio menor a 15  $\mu\text{m}$ . El material de esta corrida pareció adecuado para el procesamiento aguas abajo por extrusión para hacer la formulación A pero no la formulación B. la remoción de las turbocuchillas ayudó al equipo a operar con menores problemas, pero resultó en un tamaño de partícula promedio significativamente mayor y una pobre procesabilidad aguas abajo.

### G. Micronizer™ jet mill

El molino de chorro Micronizer™ de Sturtevant ensayado inicialmente tenía un modelo de 20 cm. Premolido fue conducido usando un molino de pasador simpactor™ de Sturtevant o un molino de martillo Commander™ Jacobson. En algunas corridas las hojuelas de glifosato de amonio fueron alimentadas al molino de chorro sin premolido.

El molino de chorro fue ensayado con alguna puerta de inyección alineada de acero inoxidable o politetrafluoroetileno (PTFE), y con un refuerzo de alumina o poliuretano (PU) en la cámara de molido. La velocidad de alimentación fue variada entre 11 a 86 kg/k. El flujo de aire en todas las corridas fue de 3,65 m<sup>3</sup>/min, se suministró a 690 kpa. Luego, un piloto escala de 36 cm del molido de chorro Micronizer™ fue ensayado a una velocidad de alimentación de 95 kg/h. Los datos se dan en las tablas que siguen, (n. T. = no ensayado).

| Corrida No.                                           | 1                 | 2                 | 3                | 4                | 5                |
|-------------------------------------------------------|-------------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|
| Tamaño del molino de chorro (cm)                      | 20                | 20                | 20               | 20               | 20               |
| Material de puerta de inyección                       | Acero             | Acero             | Acero            | PTFE             | PTFE             |
| Material de refuerzo                                  | Alumina           | Alumina           | Alumina          | Alumina          | Alumina          |
| Molino de premolida                                   | Ninguno           | Ninguno           | Ninguno          | Pasador          | Pasador          |
| Velocidad de alimentación kg/h                        | 41                | 86                | 23               | 23               | 41               |
| Construcción no aceptable?                            | No                | No                | No               | No               | No               |
| Caracterización de productos:                         |                   |                   |                  |                  |                  |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , $\mu\text{m}$      | 14,5 <sup>1</sup> | 30,2 <sup>1</sup> | 7,6 <sup>1</sup> | 6,1 <sup>1</sup> | 9,2 <sup>1</sup> |
| Area de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | n.t.              | n.t.              | 1,30             | 1,62             | n.t.             |
| Adecuabilidad por extrusión:                          |                   |                   |                  |                  |                  |
| Formulación A                                         | n.t.              | n.t.              | n.t.             | n.t.             | n.t.             |
| Formulación B                                         | Excelente         | Línea de borde    | Excelente        | Excelente        | n.t.             |

| Corrida No.                                           | 6                | 7                 | 8                | 9                | 10               |
|-------------------------------------------------------|------------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|
| Tamaño del molino de chorro (cm)                      | 20               | 20                | 20               | 20               | 20               |
| Material de puerta de inyección                       | PTFE             | PTFE              | Acero            | Acero            | Acero            |
| Material de refuerzo                                  | PU               | PU                | Alumina          | Alumina          | Alumina          |
| Molino de premolida                                   | NO               | NO                | Martillo         | Martillo         | Martillo         |
| Velocidad de alimentación kg/h                        | 11               | 41                | 31               | 38               | 49               |
| Construcción no aceptable?                            | No               | No                | No               | No               | No               |
| Caracterización de productos:                         |                  |                   |                  |                  |                  |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , $\mu\text{m}$      | 6,6 <sup>1</sup> | 15,8 <sup>1</sup> | 5,3 <sup>2</sup> | 6,1 <sup>2</sup> | 6,6 <sup>2</sup> |
| Area de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 1,62             | 0,97              | 2,65             | 2,42             | 2,24             |
| Adecuabilidad por extrusión:                          |                  |                   |                  |                  |                  |
| Formulación A                                         | n.t.             | n.t.              | Excelente        | Aceptable        | Línea de borde   |
| Formulación B                                         | Excelente        | n.t.              | Aceptable        | Aceptable        | Línea de borde   |

| Corrida No.                                           | 11               | 12               | 13               | 14               | 15               |
|-------------------------------------------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| Tamaño del molino de chorro (cm)                      | 20               | 20               | 20               | 20               | 36               |
| Material de puerta de inyección                       | Acero            | Acero            | Acero            | Acero            | Acero            |
| Material de refuerzo                                  | Alumina          | Alumina          | Alumina          | Alumina          | Alumina          |
| Molino de premolida                                   | pasador          | Pasador          | pasador          | ninguno          | Martillo         |
| Velocidad de alimentación kg/h                        | 26               | 35               | 49               | 34               | 95               |
| Construcción aceptable?                               | No               | No               | No               | No               | No               |
| Caracterización de productos:                         |                  |                  |                  |                  |                  |
| Tamaño de partícula <sup>2</sup> , $\mu\text{m}$      | 4,9 <sup>2</sup> | 5,7 <sup>2</sup> | 7,2 <sup>2</sup> | 8,4 <sup>2</sup> | 5,4 <sup>2</sup> |
| Area de superficie específica, $\text{cm}^2/\text{g}$ | 2,70             | 2,51             | 2,13             | 2,14             | 2,31             |
| Adecuabilidad por extrusión:                          |                  |                  |                  |                  |                  |
| Formulación A                                         | Aceptable        | Aceptable        | Línea de borde   | Línea de borde   | Muy bueno        |
| Formulación B                                         | Aceptable        | n.t.             | n.t.             | Línea de borde   | Muy bueno        |

<sup>1</sup> Brinkman

<sup>2</sup> Coulter

De estos ensayos fue concluido que el molino de chorro Micronizer<sup>TM</sup> era un aparato adecuado para la reducción de tamaño del glifosato de amonio. El proceso corrió con pocos problemas y, si la velocidad de alimentación no era excesiva, se generó un producto que fue adecuado para el procesamiento de aguas abajo por extrusión para hacer la formulación A o la formulación B. en particular, la corrida a escala (corrida No 15) que usó una unidad mayor fue exitosa. El molino de martillo

fue preferido sobre el molino de pasador para el premolido.

La precedente descripción de las modalidades específicas de la presente invención no tienen el propósito de completar una lista de todas las posibles modalidades de la invención. Las personas versadas en este campo reconocerán que se pueden hacer modificaciones a las modalidades específicas descritas aquí permaneciendo dentro del alcance de la presente invención.

### REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparacion de polvo de glifosato de amonio, comprende
  - (a) mezclar (i) acido de glifosato particulado sólido, (ii) agua en una cantidad de 0,5 a 3 partes en peso por parte en peso de ácido de glifosato, y (iii) una base que suministra cationes de amonio, en una cantidad de 0,8 a 1,25 moles equivalentes de amonio por mol de ácido de glifosato para formar un medio de reacción acuoso,
  - (b) permitir que la base reaccione con el ácido de glifosato en el medio de reacción acuoso para formar un producto de reaccion que comprende una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio,
  - (c) secar el producto de reacción para recuperar un sólido particulado, y

(d) acelerar el sólido particulado en una corriente de gas de alta velocidad turbulenta, para formar por colisión de partícula contra partícula un polvo de glifosato de amonio que tiene un tamaño de partícula media entre 5 a 20  $\mu\text{m}$ .

2 El proceso de la reivindicación 1 en donde el orden de mezclado en la etapa (a) es mezclar el ácido de glifosato y el agua con agitación para formar una suspensión y luego agregar a la suspensión, con agitación continuada, la base que suministra los cationes de amonio

3. El proceso de la reivindicación 1 en donde la etapa de secado comprende secar el producto de reacción por contacto con el mismo con una superficie caliente para formar un depósito sólido sobre la superficie calentada y de ahí recuperar el depósito sólido en una forma de sólido particulado

4. El proceso de la reivindicación 3 en donde la etapa de secado se lleva a cabo con un aparato de tipo secador de tambor.
5. El proceso de la reivindicación 1 en donde la etapa de acelerar el sólido particulado en una corriente de gas de alta velocidad turbulenta se lleva a cabo usando un aparato de molino de energía de fluido o tipo de molino de chorro, y la corriente de gas es una corriente de aire.
6. El proceso de la reivindicación 5 en donde el sólido particulado recuperado en al etapa de secado es premolido por un molido mecánico antes del molido de chorro o de energía de fluido.
7. Un proceso para preparar una formulación granular seca que comprende glifosato de amonio y uno o más tensoactivos, dicho proceso comprende
  - (a) mezclar (i) ácido de glifosato particulado sólido, (ii) agua en una cantidad de 0,5 a 3 partes en peso por parte en peso de ácido de

glifosato, y (iii) una base que suministra cationes de amonio, en una cantidad de 0,8 a 1,25 moles equivalentes de amonio por mol de ácido de glifosato para formar un medio de reacción acuoso;

- (b) permitir que la base reaccione con el ácido de glifosato en el medio de reacción acuoso para formar un producto de reacción que comprende una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio;
- (c) secar el producto de reacción para recuperar un sólido particulado; y
- (d) acelerar el sólido particulado en una corriente de gas de alta velocidad turbulenta, para formar por colisión de partícula contra partícula un polvo de glifosato de amonio que tiene un tamaño de partícula media entre 5 a 20  $\mu\text{m}$

- (e) mezclar alrededor de 75 a 90 partes en peso de polvo de glifosato de amonio con 10 a 25 partes en peso de 1 o más tensoactivos, y con cerca de 3 a 10 partes en peso de agua por 100 partes en peso de ingredientes diferentes a agua, para formar una mezcla húmeda extrudable;
  - (f) extruir la mezcla húmeda para formar hilos de extrudado que se rompen para formar gránulos coherentes húmedos; y
  - (g) secar los gránulos para producir la formulación granular seca.
8. El proceso de la reivindicación 7 en donde el orden de mezclado de la etapa (a) es mezclar el ácido de glifosato y el agua con agitación para formar una suspensión y luego agregar a la suspensión, con agitación continuada la base que suministra los cationes de amonio.
9. El proceso de la reivindicación 7 en donde la etapa de secado comprende secar el producto de reacción por contacto con el mismo con una

superficie calentada para formar un depósito sólido sobre la superficie calentada y luego recuperar el depósito sólido en una forma sólida particulada.

10. El proceso de la reivindicación 9 en donde la etapa de secado se lleva a cabo con un aparato del tipo secador de tambor.

11. El proceso de la reivindicación 7 en donde la etapa de acelerar el sólido particulado en una corriente de gas de alta velocidad turbulento es llevado a cabo usando un aparato del tipo molino de chorro o molino de energía de fluido, y la corriente de gas es una corriente de aire.

12. El proceso de la reivindicación 11 en donde el sólido particulado recuperado en la etapa de secado es premolido en un molido mecánico antes del molido por chorro o energía de fluido.

13. El proceso de la reivindicación 7 que comprende adicionalmente una etapa (h) de clasificar los gránulos secados para remover gránulos

reciclados, fragmentos de gránulos o agregados de gránulos que son exteriores al rango de tamaño deseado.

14. El proceso de la reivindicación 7, en donde el tensoactivo o tensoactivos son seleccionados individualmente a partir de aquellos que están en estado líquido o estado fluible, en la ausencia de agua u otros disolventes, a 25° C.

### RESUMEN

Un proceso se suministra para preparar un polvo de glifosato de amonio adecuado para un procesamiento aguas abajo pro extrusión para hacer una formaulación granular que comprende glifosato de amonio y tensoactivo. El proceso comprende (a) mezclar (i) ácido de glifosato particulado sólido (ii) agua en una cantidad entre 0,5 a 3 partes en peso por parte en peso de ácido de glifosato, y (iii) una base que suministra cationes de amonio en una cantidad entre 0,8 a 1,25 moles equivalentes de amonio por mol de ácido de glifosato, para formar un medio de reacción acuoso, (b) permitir que el ácido de glifosato reaccione con la base en el medio de reacción para formar un producto de reacción que comprende una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio; (c) secar el producto de reacción, por ejemplo en un secador de tambor, para recuperar un sólido particulado, y (d) acelerar el sólido particulado en una corriente de gas de alta velocidad turbulenta por ejemplo en un molino de chorro, para formar por colisión de partícula a partícula un polvo de glifosato de amonio que tanga un tamaño de partícula medio entre 5 a 20  $\mu\text{m}$ .

1/1

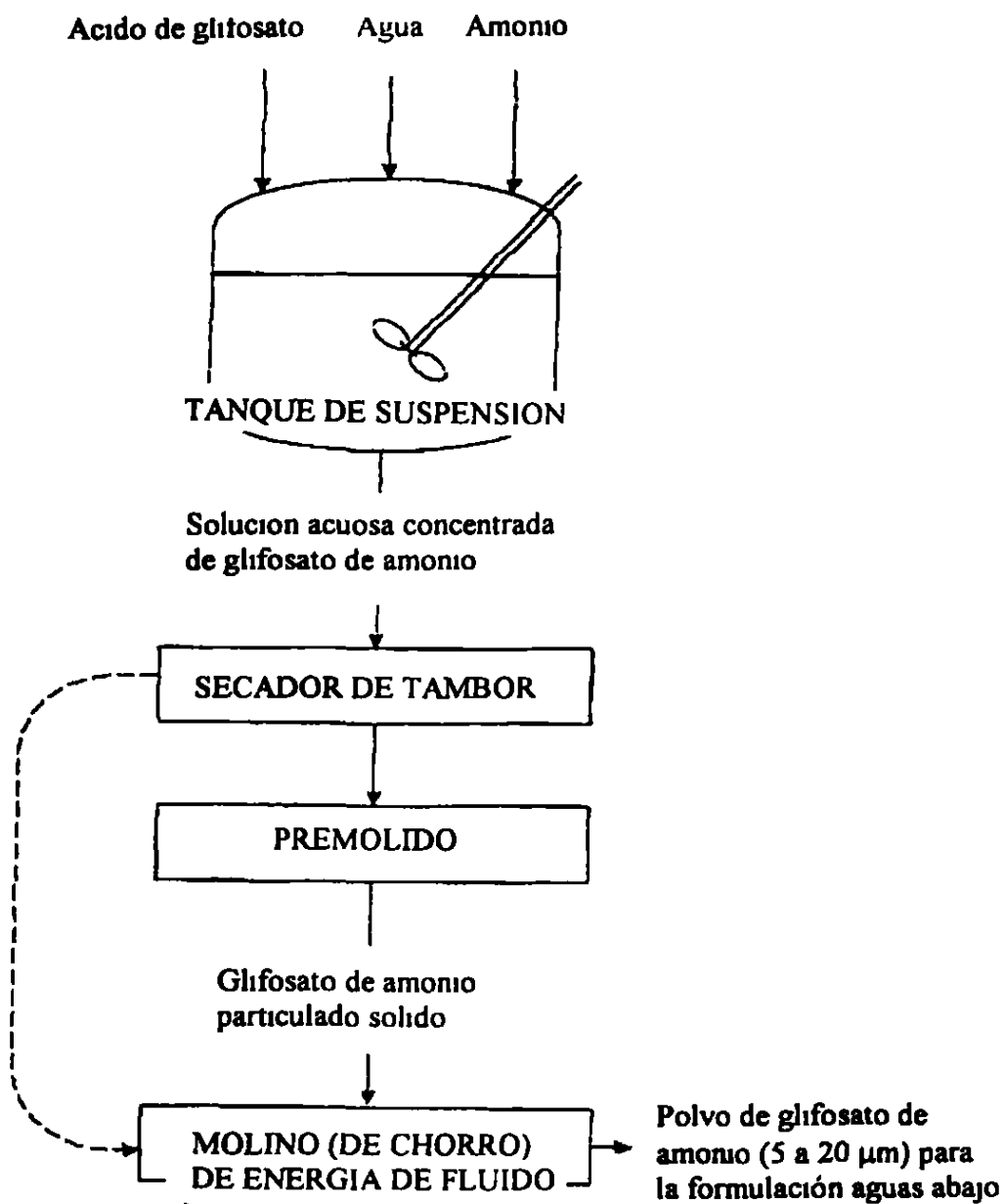


FIG 1

Se retiran los folios 98 y 99 correspondientes  
a las tarjetas de archivos temáticos y de archivo

*J.*

106  
98



**EXTRACTO PARA PUBLICACION  
SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION**

|                            |                 |                    |                            |
|----------------------------|-----------------|--------------------|----------------------------|
| (21) No.SOLICITUD          | 00-57308        | (51) INT.CL.       | Cos B 1400<br>A01N 0253012 |
| (22) FECHA DE PRESENTACIÓN | 00-07-31        | (71) SOLICITANTE   | MONSANTO COMPANY           |
| (30) PRIORIDAD.            | SI              | (72) INVENTOR(ES): | Richard M. KRAMER          |
| (31) No.DE SOLICITUD       | 60/146 281      | (74) APODERADO     | EMILIO FERRERO             |
| (32) FECHA DE PRESENTACIÓN | 29 - VII - 1999 |                    |                            |
| (33) PAÍS                  | US              |                    |                            |

(54) TÍTULO      **PROCESO PARA LA ELABORACION DE POLVO  
DE GLIFOSATO DE AMONIO**

**(57) RESUMEN**

**REIVINDICACIÓN**

- 1      Un proceso para la preparación de polvo de glifosato de amonio, comprende
- (a)    mezclar (i) ácido de glifosato particulado sólido, (ii) agua en una cantidad de 0,5 a 3 partes en peso por parte en peso de ácido de glifosato, y (iii) una base que suministra cationes de amonio, en una cantidad de 0,8 a 1,25 moles equivalentes de amonio por mol de ácido de glifosato para formar un medio de reacción acuoso,
  - (b)    permitir que la base reaccione con el ácido de glifosato en el medio de reacción acuoso para formar un producto de reacción que comprende una solución acuosa concentrada de glifosato de amonio,
  - (c)    secar el producto de reacción para recuperar un sólido particulado, y
  - (d)    acelerar el sólido particulado en una corriente de gas de alta velocidad turbulenta, para formar por colisión de partícula contra partícula un polvo de glifosato de amonio que tiene un tamaño de partícula media entre 5 a 20  $\mu\text{m}$

**NOTA.      FAVOR NO PUBLICAR ANTES DE LOS 18 MESES A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACIÓN DE LA SOLICITUD**

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicacion : 80457308 00000008 Folios: 101

Fecha (ORD): 2000-07-31 17:39:41

Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAL

Dependencia: 2600 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

NIT . 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA . 42,633  
FECHA JULIO 11 DE 2000

\*\*\*\*\* CONSIGNACION \*\*\*\*\*

| DEPOSITANTE       | TIPO PAGO    | BANCO         | SUCURSAL | CUENTA      | No. PAGO | Vr PAGO       |
|-------------------|--------------|---------------|----------|-------------|----------|---------------|
| CAVELIER ABOGADOS | CONSIGNACION | BANCO POPULAR | BOGOTA   | 050-00110-6 | 2855382  | 24,525,500.00 |

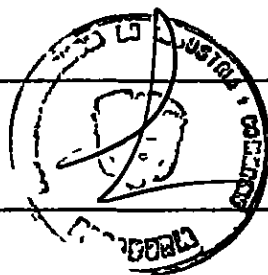
\*\*\*\*\* CONCEPTO \*\*\*\*\*

| CANT | RENTISTICO  | CONCEPTO                         | TOTAL CONCEPTO |
|------|-------------|----------------------------------|----------------|
| 1    | 50005-01-01 | SOLICITUDES                      |                |
| 1    |             | TRAMITES DE SOL DE PATENTE DE IN | 608,000 00     |
|      |             | TOTAL                            | 608,000.00     |

SON SEISCIENTOS OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE . \_\_\_\_\_

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. \_\_\_\_\_



060 01759-801-002-7

Carrera 13 No 27-00 Pisos 5 y 10  
Conmutador 334 12 21  
Fax 281 31 25  
Santa Fe de Bogota, D C Colombia

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE

PATENTE DE INVENCION [ ☒ ]

MODELO DE UTILIDAD [ ☐ ]

- ☒ Nombre e identificación del Solicitante [ ☐ ]
- ☒ Nombre e identificación del Inventor [ ☐ ]
- ☒ Título o nombre de la Invención [ ☐ ]
- ☒ Descripción [ ☐ ]
- ☒ Reivindicaciones [ ☐ ]
- ☒ Resumen [ ☐ ]
- ☒ Comprobante de Pago [ ☐ ]

COMPLETA [ ☐ ]

INCOMPLETA [ ☐ ]

DISEÑO INDUSTRIAL [ ☐ ]

- Nombre e identificación del peticionario [ ☐ ]
- Nombre e identificación del inventor o diseñador [ ☐ ]
- Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse [ ☐ ]
- Representación gráfica [ ☐ ]
- Comprobante de pago [ ☐ ]

COMPLETA [ ☐ ]

INCOMPLETA [ ☐ ]

1873  
Firma Responsable

Fecha: \_\_\_\_\_

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5 y 10  
Conmutador: 334 12 21-2-3-4  
Fax: 281 31 25 e-mail: info@sic.gov.co  
Santa Fe de Bogotá D.C. - Colombia

## DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

### PRIMER EXAMEN DE FORMA

**EXPEDIENTE 00-57308**

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención.

SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art 14-a)

SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art 14-c de la Decisión 344, literal g) del art 4 del Decreto 117/94)

SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Presentó, en forma correcta, el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 02 del 4 de Enero del 2000)

SI ☒ NO ☐ EXTEMPORANEAMENTE ☐ Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de Paris

SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional

SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art 4, D-3 Convenio de Paris, Concepto 5 de enero de 1999 SIC)

SI ☐ NO ☒ CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS

**OBSERVACIONES JURÍDICAS CONVENIO DE PARIS:** Debe presentar copia certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, en cualquier momento dentro del plazo de tres (3) meses, contados a partir de la fecha de depósito de la solicitud posterior. La omisión de esta formalidad implicará la pérdida del derecho de prioridad

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud

SI ☐ NO ☒ Se ajusta a los aspectos **FORMALES** indicados en la Decisión 344 y por tanto,

SI ☐ NO ☒ Se recomienda **PUBLICAR** el extracto correspondiente

Santafé de Bogotá, D C , 1° de Agosto del 2000

**EXAMINADOR JURIDICO**

202022

## DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES

Primer EXAMEN DE FORMAEXPEDIENTE No 00-57308

00202 102

CONCEPTO TÉCNICO No. C05B 19/00 A01N 25 12.CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL DE PATENTES B41M 5/00 B44C 1/17

Practicado el examen de acuerdo lo establece el Art 21 de la Decisión 344, se determinó que la presente solicitud de *patente invención*

SI ☒ NO ☐

Contiene la identificación correcta del inventor (Art. 8, Art 13-a)

SI ☒ NO ☐

Contiene la identificación correcta del solicitante (Art. 13-a)

SI ☒ NO ☐

Contiene el resumen con el objeto y finalidad de la invención en forma correcta (Art. 13-e)

SI ☒ NO ☐

Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art. 13-b)

SI ☒ NO ☐

Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art. 13-c)

SI ☒ NO ☐

Contiene los dibujos correctos (Art. 14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto 117 del 94)

SI ☐ NO ☒

Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art. 14-c junto con el Dto 3464 del 26 de diciembre de 1980)

SI ☒ NO ☐

Contiene una o más reivindicaciones, en forma correcta, que precisen la materia para la cual solicita protección mediante la patente (Art. 13-d)

SI ☒ NO ☐

Contiene el extracto de acuerdo con el literal c) del artículo 4 de Dto 117 del 94

SI ☐ NO ☒

Contiene el arte final del dibujo característico de acuerdo con el literal c) del artículo 4 y el artículo 27 del Dto 117 del 94

SI ☒ NO ☐

Contiene la tarjeta de archivo temático (forma P-104) en forma correcta (Art. 14-c junto con el literal b) del Art. 4 del Dto 117 del 94)

SI ☒ NO ☐

Contiene la tarjeta de archivo de propietarios (forma P-105) en forma correcta (Art. 14-c junto con el literal b) del Art. 4 del Dto 117 del 94)

SI ☐ NO ☒**CUMPLE CON LOS REQUISITOS DE FORMA**OBSERVACIONES Y OTROS SI ☒ NO ☐

1 Favor explicar o definir el término "Attrition" que se emplea en el folio 15 y otros

2 Las unidades que se presenten en la solicitud deben estar de acuerdo al Sistema Internacional Tener en cuenta especialmente en las unidades de longitud pulgadas que deben ser metros Debe revisarse el folio 49, 50, 52, 54 y 55 del capítulo descriptivo

3 Se sugiere anexar como arte principal la figura 1 para lo cual debe anexarse 2 copias en tamaño 12x12 y una en tamaño 6x6 en papel fotografía o mantequilla, de acuerdo a las normas técnicas de dibujo

**EXAMINADOR TÉCNICO . 202025****Bogotá, D C., Septiembre 2 de 2000**

## DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

EXPEDIENTE 00-57308

AUTO 2600

### DISPONE

**ARTICULO PRIMERO.** Conforme lo establece el artículo 22 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena, requiérsele al solicitante, para que dentro del plazo de treinta (30) días hábiles siguientes a la fecha de notificación del auto, presente respuesta a las observaciones o complementé los antecedentes señalados en el examen de forma

**ARTICULO SEGUNDO.** Notificar por estado el presente auto, advirtiéndole que contra el no procede recurso alguno en la vía gubernativa

### NOTIFIQUESE Y CUMPLASE

Dado en Santafé de Bogotá D C , a los 12 SEP 2000

EL JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,

**ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL**

### NOTIFICADO POR ESTADO

Santafé de Bogotá D C , 14 SET, 2000 Notificado por anotación en estado de esta misma fecha

VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI      NO     

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA

202022