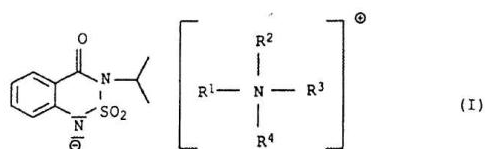


Даний винахід стосується способів отримання солей 3-ізопропіл-2, 1,3-бензотіадіазин-4-он-2, 2-діоксиду загальної формули 1



в якій радикали R^1 , R^2 , R^3 і R^4 незалежно один від одного представляють собою водень, нижчий алкіл або нижчий гідроксialкіл.

Бензотіадіазин-4-он-2, 2-діоксиди, що мають гербіцидну дію, відомі з заявок Німеччини DE-A 1542836, DE-A 2164459 і DE-A 2217722. У цих публікаціях як одна з форм застосування вказана також амонієва сіль, причому особливо виділені амонієві, метиламонієві, диметилмонієві, етиламонієві, діетаноламонієві і етаноламонієві солі.

Загальновідомо далі, що натрієва, кальцієва і калієва сіль 3-ізопропіл-2,1,3-бензотіадіазин-4-он-2, 2-діоксиду (міжнародна назва: бентазон) дуже гігроскопічні. У випадку застосування композицій цих солей у твердому вигляді це призводить до грудкування продукту навіть під впливом вологості повітря або, більш того, до його розпливання, внаслідок чого істотно ускладнюється можливість його дозування.

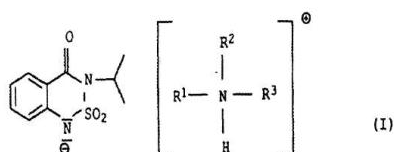
Крім того, при розфасовці цих солей у водорозчинні пакети з плівки у результаті взаємодії гігроскопічних діючих речовин і плівки відбувається дегідратація солі. Внаслідок цього плівка стає крижкою, а це означає відсутність надійної тривалості зберігання.

При синтезі бентазона діючу речовину одержують звичайно у нейтральній формі і, як правило, розчиненою в органічному розчинникові [порівн. Заявку Німеччини DE-A 2710382]. Після цього діюча речовина в більшості випадків переводять до однієї з її солей, бо остання покращує біоефективність бентазону.

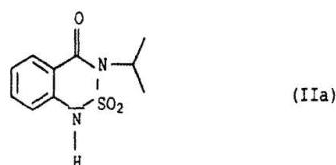
З патенту США US-A 5266553 відома, наприклад, методика приготування композицій з амонієвих солей бентазону у вигляді сипких водорозчинних твердих речовин. З цією метою згідно технічному вирішенню, що пропонується у патенті, спочатку одержують водну суміш з амонієвої солі. Тверду композицію діючої речовини одержують з цієї суміші шляхом випаровування всього розчинника і наступною обробкою продукту нейтралізуючою основою. Однак стадія випаровування води, яка використовується як розчинник, вимагає значних енерговитрат і діюча речовина при цьому на протязі тривалого часу піддається впливу високої температури, необхідної для процесу випаровування.

Виходячи з викладеного вище, в основу винаходу була покладена задача розробити засоби отримання амонієвих солей бентазону, що дозволили б повністю або частково усунути недоліки описаного вище способу отримання таких солей.

У відповідності з визначеною задачею був створений спосіб отримання солей 3-ізопропіл-2, 1,3-бензотіадіазин-4-он-2,2-діоксиду загальної формули 1



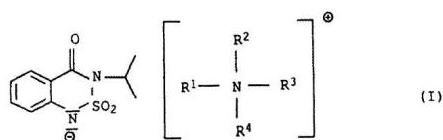
в якій радикали R^1 , R^2 і R^3 незалежно один від одного представляють собою водень, нижчий алкіл або нижчий гідроксialкіл, який відрізняється тим, що 3-ізопропіл-2,1,3-бензотіадіазин-4-он-2, 2-діоксид(IIa)



піддають взаємодії в органічному розчинникові з аміном загальної формули IIIa

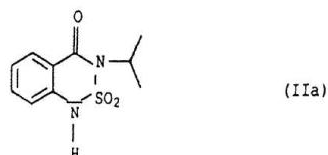


Далі був створений спосіб отримання солей 3-ізопропіл-2, 1,3-бензотіадіазин-4-он-2,2-діоксиду загальної формули 1



у якій радикали R^1 , R^2 , R^3 і R^4 незалежно один від одного представляють собою водень, нижчий алкіл або нижчий гідроксіалкіл, який відрізняється тим, що

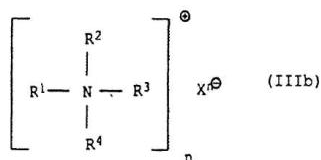
а) 3-ізопропіл-2, 1,3-бензотіадіазин-4-он-2, 2-діоксид(IIa)



піддають взаємодії у практично незмішуваному з водою органічному розчинникові і при необхідності у присутності води з аміном загальної формули IIa



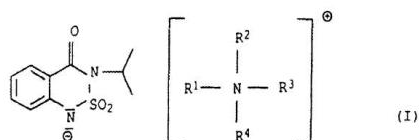
або з амонієвою сіллю загальної формули IIIb



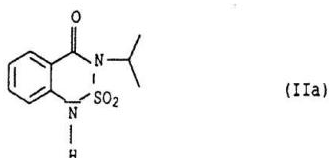
де X представляє собою аніон кислоти з pK_s більше 4 або означає гідроксильний іон, а n дорівнює числу негативних зарядів аніону X, та

б) сіль формули 1 розчиняють в воді.

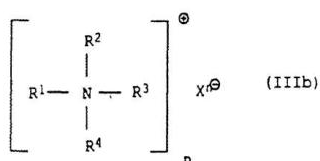
Окрім описаних вище, був створений спосіб отримання солей 3-ізопропіл-2, 1,3-бензотіадіазин-4-он-2, 2-діоксиду загальної формули 1



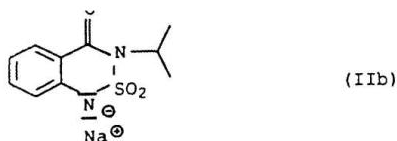
у якій радикали R^1 , R^2 , R^3 і R^4 незалежно один від одного представляють собою водень, нижчий алкіл або нижчий гідроксіалкіл, який відрізняється тим, що а) 3-ізопропіл-2, 1,3-бензотіадіазин-4-он-2, 2-діоксид(IIa)



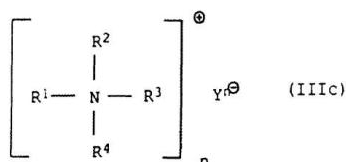
піддають взаємодії у воді з амонієвою сіллю загальної формули IIIb



де X представляє собою аніон кислоти з pK_s більше 4 або означає гідроксильний іон, а n дорівнює числу негативних зарядів аніона X, або
б) натрієву сіль бентазону(IIb)



піддають взаємодії у воді з амонієвою сіллю загальної формули IIIc



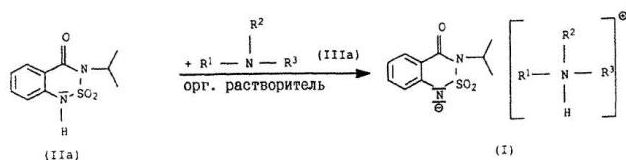
де Y означає аніон кислоти, а n дорівнює числу негативних зарядів аніона Y.

Під поняттям нижчий алкіл, відповідно нижчий гідроксialкіл розуміють алкільні групи, відповідно гідроксialкільні групи з числом C-атомів до 8, переважно до 6, такі, як метил, гідроксиметил, етил, 2-гідроксietил, пропіл, 3-гідроксипропіл і бутил. Способи, що пропонуються, позначені далі як способи А, Б і В.

Спосіб Аи

У способі А бентазон(IIa) піддають взаємодії з аміном формули IIIa в органічному розчинникові(див. схему 1). Аміни IIIa загально відомі. Як правило, амін IIIa застосовують у еквімолярній кількості у відношенні до бентазону(IIa). Для забезпечення більш успішної обмінної реакції може стати доцільним застосовування аміну IIIa у надлишку. Однак для досягнення повної обмінної реакції цей надлишок в основному не повинен перевищувати 10мол.% у відношенні до бентазону(IIa).

Як органічні розчинники використовують ароматичні вуглеводи, переважно разово-трикратно метильовані бензоли, передусім толуол і ксилоли; кетони, переважно з 3 – 9 C-атомами, передусім ацетон; складні ефіри, переважно ефіри монокарбонових кислот з 1 - 5 C-атомами з моноалканолатами з 1 - 4 C-атомами, передусім етиловий ефір оцтової кислоти; прості ефіри, прийняті з 4 - 8 C-атомами, передусім тетрагідрофуран; галогеналкани, переважно моно - або діхлоралкани з 2 - 4 C-атомами, передусім 1,2-діхлоретан, крім того, алканоли, переважно C₁-C₄алканоли, перш за все метанол або етанол, а також суміші з двох або більше зазначених розчинників. Найбільш прийнятий як розчинник 1,2-дихлоретан, що використовується індивідуально.



R^1 - R^3 означають незалежно один від одного водень, нижчий алкіл або нижчий гідроксialкіл.

Перераховуючи на один моль бентазону(IIa), розчинник використовують звичайно у кількості від 0.2 до 25 і передусім від 1 до 10кг. Бентазон(IIa) може містити при цьому до 2ваг.% води, що не виявляє негативного впливу на проведення способу.

Спосіб може здійснюватися у діапазоні температур від 10 до 80°C. На реакцію температура виявляє певний вплив, передусім це стосується розчинності бентазону(IIa), що збільшується зі зростанням температури. Однак передусім у тих випадках, коли в реакції беруть участь газоподібні аміни або аміни(IIIa), що мають низьку температуру кипіння, температура не повинна перевищувати 60°C. Більш прийнятну реакцію проводять при температурах у межах від 20 до 60°C і передусім від 25 до 50°C.

Реакцію здійснюють здебільшого при тиску від 0,5 до 10, більш прийнятно від 1 до 3бар і передусім при нормальному тиску(при атмосферному тиску). Як реактори краще використовувати відповідні прилади, які звичайно використовують для реакцій подібного типу.

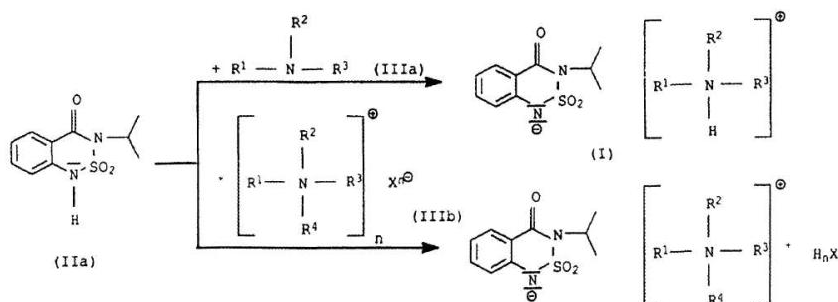
Сіль за формулою 1 випадає в осад при температурі реакції і/або при охолодженні суміші і її можна за відомою методикою, передусім шляхом фільтрування, відділяти від фази рідини. Вихід солі 1 складає 95 - 100%.

Спосіб А особливо придатний для отримання NH_4^+ -солі бентазону(формула 1; R^1 - R^4 позначають H). При цьому прийнятніше робити наступним чином: газоподібний аміак подають безпосередньо у розчин бентазону(IIa) в органічному розчинникові або ж розчин бентазону(IIa) в органічному розчинникові змішують з рідким аміаком.

Спосіб Б

У цьому способі бентазон(IIa) піддають взаємодії у практично незмішуваному з водою органічному розчинникові з аміном формули(IIIa) або з амонієвою сіллю формули IIIb, при необхідності в присутності води, після чого сіль формули 1 розчиняють у воді(див. схему 2).

Схема 2



R^1-R^4 означають незалежно один від одного водень, нижчий алкіл або нижчий гідроксіалкіл;

X означає аніон кислоти з $pK_s > 4$ або гідроксильний іон;

n означає число негативних зарядів аніона X.

Аміни формули(IIIa) загальноно відомі. Те ж стосується і амонієвих солей формули IIIb [порівн. Houben-Weyl, Methoden der Organischen Chemie, 4^e видання, видавництво Thieme Verlag, Штутгарт, том 11/2, стор 591 і далі].

Як аніон X у загальній формулі IIIb більш прийнятні карбонатний іон і гідрокарбонатний іон, але найбільш прийнятним є гідроксильний іон.

Як правило, амін(IIIa), відповідно амонієву сіль IIIb застосовують в еквімолярній кількості відносно до бентазону(IIa). Для забезпечення більш успішної обмінної реакції може виявитися доцільним застосовувати амін(IIIa), відповідно амонієву сіль IIIb у надлишку. Однак для досягнення повної обмінної реакції цей надлишок в основному не повинен перевищувати 10мол.% у відношенню до бентазону(IIa).

Як практично незмішувани з водою органічні розчинники прийняті алкани, переважно з 5 - 8 С-атомами, передусім н-алкани, такі, як н-пентан і н-гексан, і галогенуглеводень, переважно галоген алкани, такі, як моно - і дихлоралкани з 2 - 4 С-атомами, зокрема 1,1-дихлоретан, 1,3-дихлорпропан, 1,2-дихлорпропан і передусім 1,2-дихлоретан. З цією метою можуть використовуватися також суміші з двох або декількох цих практично незмішуваних з водою органічних розчинників. Найбільш прийнятний з вищезазначених практично незмішуваних з водою органічних розчинників є 1,2-дихлоретан, що застосовується індивідуально. Перераховуючи на один моль бентазону(IIa), розчинник використовують звичайно в кількості від 1 до 4 і передусім від 1,5 до 3кг.

Спосіб може здійснюватися у діапазоні температур від 20 до 80°C. На реакцію температура виявляє певний вплив, передусім це стосується розчинності бентазону(IIa), що збільшується зі зростанням температури. Однак передусім у тих випадках, коли в реакції бере участь газоподібний амін або амін(IIIa), що має низьку температуру кипіння, температура не повинна перевищувати 60°C. Більш прийнятну взаємодію бентазону(IIa) з амінами(IIIa), відповідно амонієвою сіллю IIIb здійснюють при температурах у межах 20°C до 60°C і передусім від 25 до 50°C.

Реакцію здійснюють здебільшого при тиску від 0,5 до 10, переважно від 1 до 3бар і передусім при нормальному тиску(при атмосферному тиску). Як реактори краще використовувати відповідні прилади, що звичайно використовують для реакцій подібного типу.

Сіль формули 1, що утворилась, розчиняють у воді, причому воду можна додавати вже під час реакції або ж після її завершення. Якщо при цьому разом з водною фазою відділяють деяку кількість органічного розчинника, то останній до виділення солі 1 можна вилучити при нормальному або пониженому тиску за відомою методикою, наприклад, випаровуванням або при певних умовах азеотропною перегонкою, зокрема у випадку реакційного середовища 1,2-дизлоретан/вода. Для повного розчинення солі у воді, перераховуючи на 1кг солі 1, як правило, розчинник застосовують у кількості 1 - 5, переважно 2 - 4 і передусім 2,5 - 3,5кг. У більшості випадків сіль 1 випадає в осад вже при температурі реакції. Для забезпечення кращого осадження більшу частину розчину охолоджують. Кристалізація відбувається більш прийнятно при температурі в інтервалі від 5 до 40°C і передусім при 15 - 25°C.

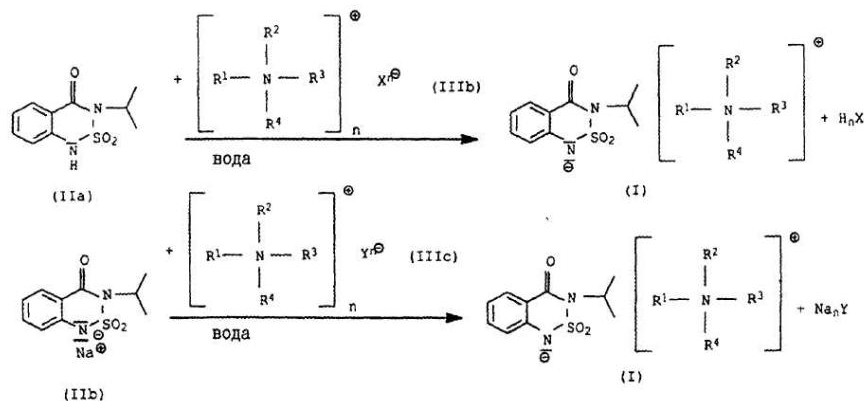
Особлива перевага способу Б згідно з винаходом полягає в тому, що завдяки описаній вище методиці органічний розчинник після його відділення від водної фази може безпосередньо використовуватися при проведенні наступних реакцій без необхідності для виділення продукту його випаровування і/або його очистки шляхом перегонки.

Спосіб Б, окрім повернення маточного розчину в виробничий цикл, забезпечує отримання солі за формулою 1, як правило, з виходом 98 - 100% і зі ступенем чистоти принаймні 98%. Спосіб Б особливо придатний для отримання NH_4^+ -солі бентазону(формула 1; R^1-R^4 означає H).

Спосіб В

У способі В бентазон(IIa) піддають взаємодії у воді з амонієвою сіллю формули IIIb або натрієву сіль бентазона(IIb) піддають взаємодії у воді з амонієвою сіллю формули IIIc(див. схему 3).

Схема 3



R^1 - R^4 означають незалежно один від одного водень, нижчий алкіл, нижчий гідроксіалкіл;

Y означає аніон кислоти;

X означає аніон кислоти з $\text{pK}_s > 4$ або гідроксильний іон;

n означає число негативних зарядів аніона X, відповідно Y

Спосіб В особливо придатний для отримання NH_4^+ -солі бентазону(формула 1; R^1 - R^4 означають водень).

Амонієва сіль формули IIIb загально відома [порівн. Houben-Weyl, Methoden der Organischen Chemie, 4e видання, видання Thieme Verlag, Штутгарт, том 11/2, стор. 591 і далі].

Як аніони Y у загальній формулі IIIc прийнятні сульфат, гідросульфат, фосфат, гідрофосфат або дигідрофосфат, переважно галогенід або ацетат і передусім хлорид, нітрат, формиат, карбонат і гідрокарбонат.

Як іон Y кислоти в загальній формулі IIIc, відповідно як аніон X кислоти з pK_s більше 4 більш прийнятно карбонатний іон і гідрокарбонатний іон, а для X найбільш прийнятним є гідроксильний іон.

Як правило, амонієву сіль IIIb у відношенні до бентазону(IIa), а амонієву сіль IIIc у відношенні до натрієвої солі бентазону(IIb) застосовують в еквімолярній кількості. Для забезпечення більш успішної обмінної реакції може виявитися доцільним застосовувати амонієві солі в надлишку. Однак для досягнення повної обмінної реакції цей надлишок в основному не повинен перевищувати 10мол.% у відношенні до бентазону(IIa), відповідно до натрієвої солі бентазону(IIb). Перераховуючи на один моль бентазону(IIa), відповідно його натрієва сіль IIb воду використовують звичайно у кількості від 0,2 до 4 і передусім від 0,2 до 2кг.

Натрієва сіль NaN_nY звичайно більш розчинна в воді у порівнянні з сіллю формули 1. Тому у випадку часткової розчинності останньої її відділення можна здійснювати(фракційною) кристалізацією. Така методика відома фахівцю в даній галузі техніки і, отже, відповідає необхідності в подальших її поясненнях.

Для досягнення оптимального виходу продукту при кристалізації найбільш оптимальним, як було встановлено молярним співвідношенням між водою і сіллю 1 є від 50:1 до 30:1.

Спосіб може здійснюватися в діапазоні температур від 10 до 80°C. На хід реакції температура виявляє певний вплив, це стосується передусім розчинності бентазону(IIa) і його натрієвої солі(IIb), що збільшується зі зростанням температури. Більш прийнятну реакцію проводять при температурах в інтервалі від 20 до 70°C і передусім від 40 до 60°C.

Як правило, реакцію здійснюють при тиску від 0,5 до 10, переважно від 1 до 3бар і передусім при нормальному тиску(при атмосферному тиску), Як реактор придатні відповідні прилади, що звичайно використовують для реакцій подібного типу.

Спосіб В забезпечує отримання солі формули 1, як правило, з виходом більш 80% і ступенем чистоти принаймні 98%. Завдяки поверненню маточного розчину в виробничий цикл вихід продукту можна підвищити до більш 98%.

Отриману по одному зі способів А-В сіль формули 1 можна виділяти по відомій методиці. В тих випадках, коли продукт випадає у вигляді кристалів вже з реакційної суміші, це виділення можна здійснювати передусім шляхом фільтрування. Якщо ж сіль 1 одержують в розчиненому виді, то зі всього розчину за допомогою відомих засобів, зокрема випаровуванням, передусім при пониженому тиску, можна вилучити розчинник.

Вміст води в одержуваній по способу Б або В солі формули 1, яку кристалізують з водної фази, складає, як правиу, вже менш 10мас.%. Вологу(від органічного розчинника або води) сіль 1, як правило, піддають сушінню при температурі в інтервалі від 20 до 80°C, більш прийнятно від 40 до 60°C. Сушку можна проводити в звичайних сушильних приладах. При цьому найбільш раціонально вести процес при пониженому тиску або при нагріванні продукту 1 в потоці повітря.

Маточні розчини, що залишаються після виділення кристалізованої солі 1, містять в деяких випадках ще до 20% солі 1 в розчиненому виді. При необхідності цю розчинену діючу речовину можна виділяти за відомою методикою, наприклад, шляхом концентрування розчину і повторної кристалізації або ж повним упарюванням маточного розчину. В багатьох випадках маточний розчин також може вертатися знову до процесу.

Гранулят з розчинів солі формули 1 одержують, виходячи з розчинів, що утворюються в виробничому циклі, або з маточних розчинів, що використовуються для кристалізації продукту, переважно за допомогою звичайних способів з застосуванням псевдозрідженого шару або агломеруванням з отриманням порошку солей 1, що в свою чергу одержують розпилювальним сушінням або сушінням під вакуумом. Отриманий таким шляхом гранулят містить звичайно від 20 до 100мас.% солей 1. Розміри частинок такого гранулята складають, як правило, від 200мкм до 3000мкм. Кількість пилу в грануляті незначна. Так, в 30 грамівій пробі вміст пилу складає менш 20мг [згідно С1РАС МТ 171: "Dustiness of Granular Formulation"], що гарантує користувачу високий ступінь безпеки. Насипная маса такого гранулята складає, як правило, 400 - 800г/л.

Солі формули 1 відрізняються дуже високою стабільністю при зберіганні в водорозчинних пакетах з плівки. Плівкові пакети такого типу в принципі відомі [см європейські заявки EP-A 449773 і EP-A 493553], що виключає необхідність подальших пояснень. Діюча речовина 1 розфасовується в пакети з плівки звичайно порціями від 0.1 до 10кг, переважно від 0.5 до 5кг. Товщина плівки складає 20 - 100мкм, переважно 30 - 60мкм. Вміст води в полімерних плівках може складати до 20мас.%.

Одержуваний описаним вище шляхом гранулят або заповнені пакети з плівки, окрім солі формули 1, можуть містити також інші звичайні добавки, наприклад, поверхнево-активні речовини, наповнювачі, як і інші діючі речовини, призначені для захисту рослин.

Було встановлено, що сіль формули 1 і передусім NH_4^+ -сіль бентазона має в відповідних реакційних середовищах відносно малу розчинність у порівнянні з вхідними речовинами IIa, відповідно IIb. Цей ефект використовується в засобах згідно з винаходом для виділення продукту 1 з реакційного середовища простим шляхом в твердому виді.

На відміну від натрієвої солі, що застосовується в більшості випадків, амонієві солі і передусім NH_4^+ -сіль значно швидше розчиняються в воді, що дозволяє завдяки цьому знизити матеріально-технічні затрати, необхідні для приготування водних розчинів діючих речовин.

Приклади

Приклад 1

В розчин з 24г бентазона(IIa) в 2376г 1,2-дихлоретана при змішуванні при температурі 50°C подавали 1.7 - 3г газоподібного аміаку і при цьому утворювалася суспензія. Тверду речовину відділяли при 20°C шляхом фільтрування і при пониженому тиску з нього вилучати залишки розчинника. В результаті отримали 25.4г амонієвого бентазона(1дд 180°C).

Приклад 2

В розчин з 24г бентазона(IIa) в 16г ацетону при температурі 30 - 50°C при змішуванні подавали 1.7г газоподібного аміаку. Амонієвий бентазон випадав в осад і його відфільтровували при кімнатній температурі. З отриманого кристалізата при пониженому тиску і при температурі 50°C вилучати розчинник. Таким шляхом отримали 19.5г амонієвого бентазона. Маточний розчин, що залишався після фільтрування, упарюють при пониженому тиску і при температурі 50°C досуха, отримавши в результаті додатково 6г амонієвого бентазона.

Приклад 3

В суспензію з 24г бентазона(IIa) і 300г води при змішуванні вводили 4.8г карбонату амонію. Реакційну суміш продовжували змішувати ще продовж 2 години при температурі 50°C, після чого шляхом фільтрування вилучали тверді частинки. Після упарювання розчину при пониженому тиску отримали 25.5г амонієвого бентазона.

Приклад 4

Працювали аналогічно прикладу 3, з однак тією різницею, що замість карбонату амонію використали 7.9г гідрокарбонату амонію. В результаті отримали 25.5г амонієвого бентазона.

Приклад 5

В розчин з 26.3г натрієвого бентазона в 21.7г води при температурі 50°C при змішуванні вводили 8г нітрату амонію і реакційну суміш продовжували перемішувати ще одну годину. Після охолодження до 20°C осад відфільтровували, двічі промивали порціями по 5мл льодяною водою відповідно і при пониженому тиску і при температурі 50°C сушили. Таким шляхом отримали 18.9г амонієвого бентазона зі ступенем чистоти 99%.

Приклад 6

Працювали аналогічно тому, як це описане в прикладі 5, з тією різницею, що замість нітрату амонію використали 6.3г форміата амонію. Вихід амонієвого бентазона склав 21г. Продукт мав ступінь чистоти 98.4%.

Приклад 7

Розчин з 24г бентазона(IIa) в 216г 1,2-дихлоретана при температурі 50 - 60°C змішували з 34г води аміачної(5%-ний розчин аміаку в воді). Після введення добавки водну фазу при температурі 50 - 60°C відділяли. При відстоюванні водної фази амонієвий бентазон випадав у вигляді кристалів. Тверду речовину відділяли при температурі 20°C шляхом фільтрування і при пониженому тиску і при температурі 50°C з нього вилучати залишки розчинника. В результаті отримали 11.8г амонієвого бентазона(1дц 180°C). З маточного розчину після випарювання води при пониженому тиску і при температурі 50 - 60°C отримали додатково 13.7г амонієвого бентазона.

Приклад 8

Розчин з 24г бентазона(IIa) в 216г 1,2-дихлоретана при змішуванні при температурі 30 - 50°C змішували з 22.5г-ного водного розчину(20%) диметиламіна. Після вступу добавки у водну фазу відділяли при температурі 50 - 60°C при пониженому тиску і при температурі 50 - 60°C упарювали досуха. Таким

шляхом отримали 28г диметиламонієвого бентазона($t_{пл}$ 145 - 147°C; чистота більш 99% згідно ЖХВД-аналізу для бентазона і титруванню для диметиламонію).

Приклад 9

Суміш з 24г бентазона(IIa), 4.8г карбонату амонію, 220г 1,2-дихлоретана і 300г води змішують продовж 1 години при температурі 50 - 60°C Після цього фази поділяли і при пониженому тиску і температурі 50 - 60°C вилучали воду. Таким шляхом отримали 25,5г амонієвого бентазона.

Приклад 10

Працюючи аналогічно прикладу 9, але використовуючи 7,9г гідрокарбонату амонію, отримали 25,5г амонієвого бентазона.

Приклад 11

20%-ний водний розчин амонієвого бентазона сушили в розпилювальном грануляторі з псевдозрідженим шаром при температурі сушильного повітря 120°C. При цьому водночас впорскували розчин амонієвої солі і в результаті агломерації і сушіння одержували гранульовані частинки. Отриманий гранулят містив в своєму складі 99,6мас.% амонієвого бентазона, а залишковий вміст води в ньому складав 0,4мас.%. Розмір частинок гранулята складав в середньому 0,3мм(максимальний діаметр). Отриманий гранулят не містив пилу і швидко розчинявся в воді. Крім того, він був негігроскопічний, тобто навіть при тривалому зберіганні в умовах високої вологості повітря він зберігав сипкість.

Приклад 12

В розпилювальний гранулятор з псевдозрідженим шаром завантажували 75г порошкоподібного сульфата амонію. Після цього в підготований таким чином гранулятор впорскували 375г 20мас.%-ного водного розчину амонієвого бентазона при температурі сушильного повітря 120°C. В результаті агломерації і сушіння одержували гранульовані частинки. Отриманий гранулят містив в своєму складі 50мас.% амонієвого бентазона, а залишковий вміст води в ньому складав 0,1 - 0,5мас.%. Середній розмір частинок гранулята складав 1 - 2мм(максимальний діаметр). Отриманий гранулят не містив пилу і швидко розчинявся в воді. Крім того, він був негігроскопічним, тобто навіть при тривалому зберіганні в умовах високої вологості повітря він зберігав сипкість.

Приклад 13

Фізичні характеристики продукту

а) Дослідження гігроскопічності солі

Декілька 1-граммових проб відповідно сушили продовж 48 годин при температурі 50°C під вакуумом. Після цього висушені проби витримували при відносній вологості повітря 55% і 65% і температурі 20°C, після чого по досягненні стану рівноваги визначали збільшення ваги кожної з проб. Далі оцінювали реологічні властивості проб і їхній зовнішній вид. Стосовно гігроскопічності було встановлено, що критичні субстанції вбирали багато води з повітря до досягнення стану рівноваги. Це призводило до твердіння субстанцій. Результати приведені в таблиці, що наведена нижче.

Тип солі	Відносить, вологість повітря [%]	Збільшення ваги [%]	Властивості після зберігання
Натрієва сіль	55	12,6%	Грудкування, ґрунтова мерзлота
Калієва сіль	55	6,7%	Грудкування, ґрунтова мерзлота
Калієва сіль	55	12%	Грудкування, ґрунтова мерзлота
Амонієва сіль	55	0,5%	Кристалічна, сипка; кристалічна, сипка
	65	0,5%	

б) Дослідження властивостей солі в пакетах з плівки

Субстанцію у вигляді гранулята розфасовували порціями по 10г відповідно в пакети з плівки і пакети заварювали. Після цього заповнені пакети(плівка Monosol 8030, виготовник фірма Chris Craft Inc., США) містили в герметичну упаковку і витримували продовж 4 тижнів в різноманітному температурному режимі. Тривалість плівки виявлялася в її еластичності при механічних навантаженнях. Якщо сіль бентазона вбирала воду з плівки, остання ставала крихкою. Так, наприклад, плівка Monosol 8030 в присутності натшевого бентазона в запечатаній упаковці втратила більшу частину залишкової вологи, що міститься в плівці. При кімнатній температурі її кількість знизилася від первісних 14% до 6% в стані рівноваги. В наслідок цього плівка стала крихкою і пакети при механічних навантаженнях під час транспортування, при ударах і під впливом навантаження лопались.

Результати експериментальних досліджень приведені в наступній таблиці

Таблиця

Тип солі	Т	Властивості пакетів з плівки
Натрієва сіль	20	Крихкі, ламкі крихкі, ламкі
	30	
Амонієва сіль	20	Еластичні, тривкі еластичні, тривкі
	30	

