



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **273**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(51) **6 A01N 25/08, 25/12, 25/34 43/40**

(12) **Описание изобретения**
К ПАТЕНТУ

1

2

(21) 96000265
(22) 09.07.94
(31) 08/095.122
(32) 20.07.93
(33) US
(46) 05.10.2000, Бюл.№3 (19)
(86) РСТ/ЕР 94/02253, 09.07.94
(72) Карл-Фридрих ЕГЕР (DE), Теренс КИЛБРАЙД
(US), Рудольф Эрнест ЛАЙЗА (US)
(71)(73) БАСФ Корпорэйшн (US)
(56) DE 1619865 B2, 1971.

US 3905798 A, 1975.
EP 0391851 A1, 1990.
SU 244799 A, 1969.
(54) СОСТАВ РЕГУЛЯТОРА РОСТА РАСТЕНИЙ
(57) В заявке описаны составы гигроскопичного регулятора роста растений в твердых формах и соответствующие способы получения порошков и таблеток. Самый предпочтительный состав включает эффективное количество N,N-диметилпиперидиновой и/или N,N-диметиламмониевой соли.

Настоящее изобретение относится к способам изготовления текучих высококонцентрированных порошков и таблеток на основе гигроскопичных регуляторов роста растений, и более конкретно оно относится к способам сушки водных растворов мепикватхлорида и хлормекватхлорида с образованием текучих высококонцентрированных твердых продуктов.

Регуляторы роста растений действуют на физиологию роста растений и влияют на природный ритм растения. Более конкретно, регуляторы роста растений могут, например, уменьшать высоту растения, стимулировать прорастание семян, вызывать цветение, ускорять или ингибировать рост мха, вызывать более темную окраску листьев, сводить к минимуму полегание посевов злаков, замедлять рост травы на газонах, уменьшать гниение плодов и обеспечивать лучшее сохранение коробочек хлопка.

Регуляторы роста растений можно наносить на растения разными методами, включая использование различных рецептур. Среди этих различных методов наиболее распространенным является применение жидких и сухих композиций. Конкретная желаемая рецептура и достигаемая эффективность в большой степени зависят от вида подвергаемых обработке растений, окружающей среды, географического местоположения и климатических условий данной местности в момент обработки.

Регулятор роста растений, известный как мепикватхлорид, обычно используется для регулирования различных факторов роста хлопковых коробочек. См., например, Khafaga, *Angew. Botanik* 57,257-265 (1983); Sawan et al., *J.Agronomy and Plant Science*, 154, 120-128 (1985); патенты США 3905798 и 4447255 и "The Pesticide Manual", 9th Edition, The British Crop Protection Council, Farnham, Surrey, Great Britain, Entry № 7920.

Регулятор роста растений, известный как хлормекватхлорид, обычно используется для уменьшения полегания злаков (см., "The Pesticide Manual", 9th Edition, The British Crop Protection Council, Farnham, Surrey, Great Britain, Entry № 2420).

Мепикватхлорид и хлормекватхлорид используются в сельском хозяйстве в качестве регуляторов роста растений. Мепикватхлорид и хлормекватхлорид характеризуются высокой растворимостью в воде, более 1 кг/л при 20°C. Точка плавления мепикватхлорида равна 223°C, хлормекватхлорид начинает разлагаться при 210°C.

Оба вещества очень гигроскопичны, легко поглощают влагу из влажного воздуха, причем в

такой степени, что сухие порошки могут превращаться в жидкость под воздействием окружающего влажного воздуха. Во время хранения твердые мепикватхлорид или хлормекватхлорид затвердевают в значительной степени и прилипают к поверхностям контейнеров даже при низком остаточном содержании воды, менее 0,5 вес. %.

Эти свойства чрезвычайно затрудняют сушку

мепикватхлорида или хлормекватхлорида. Очень трудно высушить такое вещество в обычных распылительных сушилках. Оно должно быть очень тонко распылено для снижения количества влаги до приемлемого уровня, но даже и в этом случае оно удерживает слишком много воды для осуществления сушки на практике. Продукт остается липким и прилипает к стенкам сушилки и каналам сушилки и циклонов, соответственно может забивать каналы и циклоны. Кроме того, порошок, полученный по такому процессу, вследствие его мелкодисперсности плохо выгружается из сушилки и после хранения в барабане становится нетекучим из-за его слеживания.

Твердые формы регуляторов роста растений имеют ряд важных преимуществ, включая удобство при использовании, повышенную стабильность и увеличенную жизнеспособность, а также уменьшенные расходы на упаковку, хранение и транспортировку.

Далее, в будущем возможно появление правительственных постановлений, требующих применения твердых форм продуктов, используемых в сельском хозяйстве с тем, чтобы уменьшить необходимость обращения с загрязненной упаковкой этих продуктов во время применения в полевых условиях и при ее утилизации. Эти сухие текучие регуляторы роста растений более безопасны для фермера при их использовании и утилизации, а также приводят к образованию меньших количеств представляющих опасность отходов.

Существует потребность в рецептурах сухого текучего высококонцентрированного порошка и таблеток на основе гигроскопичных регуляторов роста растений.

Неожиданным оказалось, что можно получить свободно текучие несслеживающиеся составы твердых мепикватхлорида и хлормекватхлорида путем смешения твердого гигроскопичного регулятора роста растений с мелкодисперсными обладающими высокой поглощающей способностью инертными веществами. В таких смесях можно достичь концентраций регулятора роста растений до примерно 99 вес. %. Когда в соответствии с данным изобретением смеси используют непосредственно в емкости для разбрызгиваемого состава, регулятор роста растений мгновенно растворяется в воде без остатка.

Предпочтительные регуляторы роста растений согласно изобретению включают группу соединений, состоящую из 1,1-диметил-3,4-дегидропиперидинийбромид, 4-хлор-1,1-диметилпиперидинийбромид, 1,1-диметилгексагидропиридазинийбромид и 1,1-

диметилпиперидинийхлорида, известного также как мепикватхлорид, и 2-хлорэтилтриметиламмонийхлорида, известного также как хлормекватхлорид.

Цель настоящего изобретения состоит в получении агрохимически приемлемой твердой формы гигроскопичного регулятора роста растений.

Еще одна цель настоящего изобретения со-

стоит в создании способов получения твердой формы композиций гигроскопичного регулятора роста растений по изобретению.

Другая цель настоящего изобретения состоит в разработке агрохимически приемлемой рецептуры гигроскопичного регулятора роста растений в форме таблетки.

Еще одна цель настоящего изобретения заключается в создании способов получения сухой текучей формы композиций гигроскопичного регулятора роста растений по изобретению для изготовления таблеток.

Эти и другие предметы настоящего изобретения более подробно представлены в нижеследующем описании изобретения.

На фиг. 1 показана распылительная сушилка, используемая в способе согласно изобретению.

На фиг. 2 показана сдвоенная барабанная сушилка, используемая в способе согласно изобретению.

На фиг. 3 показана вакуум-сушилка периодического действия, используемая в способе согласно изобретению.

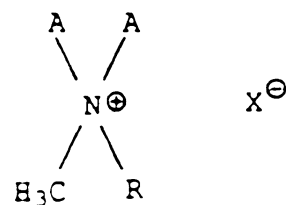
Используемый в описании термин “агрохимически приемлемый” относится к сельскохозяйственному, промышленному и бытовому применению.

Используемый в описании термин “регулятор(ы) роста растений” (используемое сокращение PPP) или “регулирование” относится к следующим ответным реакциям растений: ингибирование удлинения клеток, например, уменьшение высоты стебля и междоузлий, упрочнение стенки стебля, что приводит к увеличению сопротивления полеганию посевов; компактный рост декоративных растений для экономичного выращивания растений улучшенного качества; ускорение созревания фруктов; увеличение числа завязей для повышения урожайности; ускорение старения ткани, обеспечивающего опадание фруктов; дефолиация у саженцев и декоративных кустов и деревьев осенью для пересылки их по почте; дефолиация у деревьев для прерывания распространения заражения паразитами; ускорение созревания при планировании урожая путем уменьшения его до одного-двух сборов и прерывание цепи питания для вредных насекомых.

Описанные составы PPP согласно изобретению могут быть использованы для получения композиций как в упаковке, так и в емкости для смеси.

Настоящее изобретение охватывает составы PPP, содержащие регулирующее агрохимию и рост растений эффективное количество гигроскопичного PPP и, более предпочтительно, N,N-диметилпиперидиниевую или N,N-диметиламмониевую соль в виде сухого текучего высококонцентрированного порошка.

Предпочтительные PPP включают соли формулы:



где R обозначает метил или этил; X обозначает анион неорганической или органической, но не фитотоксичной, кислоты, предпочтительно бромид или хлорид, и группы A независимо друг от друга обозначают метил, этил или пропил, который независимо может быть замещен хлором или бромом, или группы A вместе обозначают цепочку из 4 или 5 метиленовых групп, которая может содержать в качестве заместителя хлор, бром, метил, хлорметил, бромметил, гидроксиметил и метилен, или которая содержит одну или две двойных связи, или A обозначает цепь $-(\text{CH}_2)_n\text{-NH}-$, где n равно 3 или 4, описанные в патенте США 3905798, включенном в настоящее описание в качестве ссылки.

Предпочтительные конкретные примеры PPP включают 1,1-диметил-3,4-дегидропиперидинийбромид, 4-хлор-1,1-диметилпиперидинийборомид, 1,1-диметилгексагидропиридазинийбромид, 1,1-диметилпиперидинийхлорид и 2-хлорэтилтриметиламмонийхлорид.

Наиболее предпочтительными регуляторами роста являются 1,1-диметилпиперидиний хлорид, известный также как N,N-диметилпиперидинийхлорид или мепикватхлорид, коммерчески доступный под зарегистрированным товарным знаком Pix® (фирма BASF AG, Германия), и 2-хлорэтилтриметиламмонийхлорид или хлормекватхлорид, который коммерчески доступен под зарегистрированным товарным знаком Sусосел® (фирма BASF AG, Германия).

Для удобства в описании будет использован мепикватхлорид. Однако описанные способы равным образом относятся и к другим гигроскопичным PPP, в частности к хлормекватхлориду.

Согласно предпочтительному варианту во входящий поток воздуха в распылительной сушилке с регулируемой скоростью инжeksiруют двуокись кремния.

Может быть использована распылительная сушилка типа, показанного на фиг. 1. Как видно на фиг. 1, исходный водный раствор PPP перемешивают в питателе (2) и подают по линии (4) через питающий насос (6) в распылительную сушилку (8). Исходный водный раствор PPP вводят в распылительную сушилку при помощи распыляющего приспособления (10). Нагревательное приспособление (12) для входящего воздуха обеспечивает нагревание в сушилке при температуре от примерно 150 до примерно 250°C.

Вспомогательное средство для придания текучести, такое, как двуокись кремния, хранится в питающей воронке (14) и инжeksiруется в распылительную сушилку (8) через шнековый питатель (16) по трубопроводу при помощи воздушного эдуктора (18).

Двуокись кремния прилипает к образующим-

ся каплям или неполностью высушенным частицам, образующимся из исходного водного раствора мепикватхлорида вблизи распылителя (10) и снижает или устраняет тенденцию неполностью высушенных частиц мепикватхлорида прилипнуть к стенкам (20,22) распылительной сушилки, каналов (24) и циклона (26). Двуокись кремния также придает порошку большую текучесть, устраняя слеживание в барабане даже при хранении в течение продолжительных периодов времени, при условии, что в барабане отсутствует атмосферный влажный воздух. Текучий порошок впоследствии пригоден для промышленного таблетирования или для наполнения водорастворимых пакетов, например, изготовленных из поливинилспиртовых (ПВС) пленок и имеющихся на рынке под товарными знаками Monosol M7030® или Monosol M8532®.

Скорость, с которой исходный водный раствор РРР подают в распылительную сушилку, не является критической и зависит от размера применяемой распылительной сушилки. Эту скорость легко могут определить специалисты в данной области техники.

Согласно предпочтительному способу сушку раствора мепикватхлорида осуществляют в сдвоенной барабанной сушилке, как показано на фиг. 2. Сдвоенная барабанная сушилка состоит из пары полых вращающихся барабанов (28, 30), поверхности которых соскребаются ножом (32). Внутри барабана вводят пар высокого давления и непрерывно по питающей линии (34) в зазор между барабанами добавляют раствор мепикватхлорида. Барабаны вращаются навстречу друг другу при помощи приводного устройства, например, 38, осаждавая частицы из части жидкого кипящего раствора мепикватхлорида на поверхности барабанов (28, 30), где инициируется кипение. При дальнейшем вращении тонкая пленка воды, содержащейся в мепикватхлориде, испаряется в вытяжной колпак (40), а остается твердая пленка, которая соскребается острым ножом (32) с поверхности вращающихся барабанов (28, 30). Затем материал собирают и добавляют средство для улучшения текучести, чтобы повысить текучесть материала и придать свойство против слеживания до процесса таблетирования или наполнения водорастворимых мешков.

Исходный раствор регулятора роста растений предпочтительно загружают в сдвоенную барабанную сушилку со скоростью от примерно 5 г/мин до примерно 200 г/мин на квадратный фут (около 9,3 дм²) нагретой поверхности, а водный раствор регулятора роста растений предпочтительно загружают в сдвоенную барабанную сушилку в зазор между барабанами.

Согласно предпочтительному варианту осуществления процесса сушки используют вакуумную сушилку периодического действия с режущими лопастями, которую можно также рассматривать как механический псевдосжиженный слой.

Наиболее предпочтительная вакуумная сушилка периодического действия представляет собой вакуумную сушилку Littleford® (или Lodige), как показано на фиг. 3.

Как видно на фиг. 3, вакуумная сушилка (52)

состоит из двойной рубашки (42, 44). Внутри двойной рубашки находится полый вращающийся вал (46) с присоединенными к нему перемешивающими элементами (48), выполненными в виде лемехов.

Исходный водный раствор РРР подают по линии (50) в вакуумную сушилку (52). В рубашку (42), которая окружает вакуумную сушилку (52), по линии (56) и необязательно через полый вращающийся вал (46) подают пар или горячую воду (54). Исходный водный раствор РРР перемешивают при помощи перемешивающего приспособления (57) внутри вакуумной сушилки (52). В вакуумной сушилке (52) размещают устройство (58) для создания вакуума, которое может представлять собой насос или вакуумный эжектор, и подключают его. Вакуум и тепло, создаваемое в рубашке, вызывают испарение воды из исходного водного раствора РРР. Испаряющаяся вода кипит, проходит через рукавный фильтр (60), выделяется в конденсаторе (62) и собирается в сборнике (64) для конденсата.

После испарения достаточного количества воды начинает образовываться паста. Перемешивающие элементы (48) используются для разделения пасты, разбивая ее на части и вынося внутреннюю влагу на поверхность для того, чтобы под воздействием вакуума увеличить скорость сушки. По мере затвердевания материала измельчающие элементы разбивают этот материал на небольшие части для поддержания высокой скорости сушки.

Свободно текучая, не слеживающаяся твердая форма мепикватхлорида может быть получена путем смешения твердого мепикватхлорида с мелкодисперсным, обладающим высокой абсорбирующей способностью инертным средством для увеличения текучести, например, двуокисью кремния. Добавление двуокиси кремния или другого средства для увеличения текучести придает порошку текучесть и отсутствие слеживаемости и делает его пригодным для таблетирования или наполнения водорастворимых мешков. Средство для увеличения текучести вводят вручную или механическим способом через люк сверху или вблизи верха сушильной камеры.

Все три процесса сушки осуществляют с использованием двуокиси кремния или другого средства для увеличения текучести для повышения текучести или предотвращения слеживаемости. Эти инертные добавки включают любую форму двуокиси кремния, включая коллоидальные двуокиси кремния, переосажденные двуокиси кремния, силикаты алюминия, силикаты магния и т.п., цеолиты, бентониты, монтмориллониты и аттапульгиты и их смеси. Наиболее предпочтительной является двуокись кремния, коммерчески доступная под товарным знаком Sipernat® 50S, которая представляет собой гидрат синтетической аморфной двуокиси кремния.

Весовое отношение двуокиси кремния к мепикватхлориду во всех этих способах сушки составляет от примерно 0,2:100 до 3:100, более предпочтительно примерно 2:100.

При определенных условиях для дальнейшего увеличения текучести, уменьшения тенденции к

слипанию или слеживаемости или для повышения скорости растворения связующие, наполнители и/или агенты, вызывающие дезинтеграцию, можно также растворять в исходном растворе до начала сушки.

Пригодные связующие, наполнители и/или вещества, способствующие измельчению, включают водорастворимые производные целлюлозы, производные целлюлозы, карбоксиметилцеллюлозу, оксипропилметилцеллюлозу, водорастворимые смолы, такие, как гумиарабик, трагакантовая камедь, альгинаты, желатин и поливинилпирролидон, сшитый поливинилпирролидон, микрокристаллическую целлюлозу, модифицированные крахмалы, такие, как крахмал, содержащий натрийкарбоксиметильные звенья, и их смеси.

Предпочтительные связующие, наполнители и/или агенты, вызывающие дезинтеграцию, представляют собой карбоксиметилцеллюлозу.

Другие пригодные наполнители, связующие и/или агенты, вызывающие дезинтеграцию, включают любой водорастворимый крахмал, кукурузный сироп, декстрин или предварительно желатинизированный крахмал, который по меньшей мере частично растворим в воде при комнатной температуре. Например, может быть использован как связующее предварительно желатинизированный, модифицированный и стабилизированный воскообразный маисовый крахмал, который поставляет фирма National Starch and Chemical Corporation под товарным знаком Instant Celar Gel®. Кроме того, можно применять предварительно желатинизированный кукурузный крахмал, поставляемый фирмой Hubinger- Company под товарным знаком OK Pre-Gel®. Другими связующими, пригодными для использования являются предварительно желатинизированный пищевой крахмал, очищенный из тапиоки и поставляемый под товарным знаком Instant Gel®; стабильный, модифицированный амилопектин, поставляемый под товарным знаком Kosol®; низковязкий декстрин из тапиоки, поставляемый под товарным знаком Crystal Gum®, обогащенный декстрином кукурузный крахмал, поставляемый под товарным знаком Purity Glaze®; мальтодекстрин, поставляемый под товарным знаком Maltrin®, например, M040, фирма Grain Processing Corporation.

Предпочтительное количество связующих, наполнителей и/или агентов, вызывающих дезинтеграцию, в исходном растворе составляет от примерно 0,1 до примерно 99,7 вес. %.

Все вышеописанные порошки, содержащие или не содержащие наполнители, связующие и/или агенты, вызывающие дезинтеграцию, затем могут быть переработаны в таблетки или загружены в водорастворимые мешки. Неожиданным оказалось, что из высокоэффективных порошков, которые содержат только гигроскопичный активный ингредиент PPP и двуокись кремния в качестве добавки, увеличивающей текучесть, можно изготовить таблетки без помощи связующих, наполнителей и/или агентов, вызывающих дезинтеграцию, или смазок на промышленном прессе для таблетирования. Полученные таблетки могут поставляться на рынок, они имеют воспроизводи-

мый вес, достаточную прочность и приемлемую растворимость.

Водопоглощение является минимальным при условии, что таблетки изготавливают в помещении, в котором отсутствует влажность. Таблетки можно растворять и пропускать через сетчатый фильтр 50 меш таким образом, чтобы в распылительное оборудование материал попадал без осадка.

Хотя ниже предложены конкретные концентрации различных компонентов согласно изобретению, специалистам в данной области техники очевидно, что может быть необходимо внести небольшие изменения для получения определенных характеристик приемлемых регуляторов роста растений, которые могут быть использованы в соответствии с настоящим изобретением.

В целом составы согласно изобретению содержат от примерно 0,1 до примерно 99,8 вес. % и предпочтительно от примерно 95 до примерно 99 вес. % активного ингредиента.

Обычно в концентратах регуляторов роста растений согласно изобретению концентрация регулирующего активного ингредиента составляет по меньшей мере 6 мл/акр (около 0,0125 пинт/акр).

В таких смесях можно получить концентрации мепикватхлорида до примерно 99 вес. %. Когда смеси по изобретению непосредственно помещают в сборник для распыления, мепикватхлорид мгновенно растворяется в воде и этот раствор для распыления проходит через сетчатый фильтр 50 меш распылительного оборудования, не оставляя осадка.

Таблетки можно изготовить путем прессования смесей на оборудовании для таблетирования. Для таблетирования к смеси PPP можно также добавить другие инертные ингредиенты, аналогичные агентам, вызывающим дезинтеграцию, связующие, наполнители и/или агенты, вызывающие дезинтеграцию, смачивающие агенты или смазки. (При необходимости смачивающие агенты и смазки можно вводить путем добавления на стадии сушки или в раствор PPP перед сушкой или можно их добавлять во время сушки вместе со средством, повышающим текучесть.)

Когда таблетки попадают в воду в сборнике для распыления мепикватхлорид быстро растворяется, и этот раствор для распыления проходит через сетчатый фильтр 50 меш распылительного оборудования, не оставляя осадка.

Дополнительно к вышеописанным компонентам в композицию согласно изобретению могут также включаться другие ингредиенты или адъюванты, обычно используемые в данной области техники.

Примерами таких ингредиентов могут служить вещества, препятствующие сносу, агенты, понижающие пенообразование, консерванты, поверхностно-активные вещества, удобрения, фитотоксичные вещества, гербициды, пестициды, инсектициды, фунгициды, смачивающие агенты, клейкие вещества, нематоды, бактерициды, микроэлементы, синергисты, антидоты, их смеси и другие адъюванты, хорошо известные в области применения регуляторов роста растений.

Однако для достижения оптимального эффекта предпочтительно использовать композиции согласно изобретению наряду с последовательной обработкой этими другими компонентами.

Композициями согласно изобретению можно обрабатывать растения. Обработку жидкими и твердыми композициями регуляторов роста растений в форме макрочастиц надземных частей растений можно осуществлять обычными методами, например, механически или вручную, с использованием разбрызгивателей или опылителей. При необходимости композицию можно применять для мелкокапельного опрыскивания. Согласно изобретению смеси предпочтительно применять в виде водных растворов. Смеси наносят обычным методом, например, разбрызгиванием, распылением, поливом или протравливанием семян.

Формы обработки полностью зависят от цели, для которой используют композиции. В любом случае они должны обеспечить тонкое распределение активных ингредиентов композиции.

Вышеуказанный состав регулятора роста растений можно затем диспергировать в воде и нанести разбрызгиванием на растения в соответствии со способом по изобретению.

Порошки, дусты и разбрасываемые агенты могут быть приготовлены смешением или измельчением активных ингредиентов с твердым носителем.

13

Гранулы, например, с покрытием, импрегнированные или гомогенные гранулы, могут быть приготовлены путем связывания активных ингредиентов с твердыми носителями. Примеры твердых носителей включают минеральные земли, такие, как кремниевая кислота, силикагели, силикаты, тальк, каолин, Attaclay, известняк, известь, мел, болос, лесс, глина, доломит, диатомовая земля, сульфат кальция, сульфат магния, окись магния, измельченные пластики, удобрения, такие, как сульфат аммония, фосфат аммония, нитрат аммония и мочевины, и продукты растительного происхождения, такие, как мука зерновых, лубяная мука, древесная мука, мука из ореховой скорлупы, порошкообразная целлюлоза и т.п.

Действие композиций по изобретению является оптимальным даже при низких нормах расхода. Для данной композиции регулятора роста растений специалисту легко составить рецептуру, имеющую оптимальное соотношение ингредиентов, экспериментальным путем. Композиции по изобретению могут быть приготовлены, например, путем введения в любом порядке различных компонентов композиции по изобретению. Например, в качестве исходного материала можно взять выпускаемый промышленностью состав на основе мепикватхлорида, который представляет собой водный концентрат, содержащий 42 г/л (около 0,35 фунта на галлон (США)) мепикватхлорида (4,2 вес. %). Затем в любом порядке примешивают соответствующие количества любых возможных адъювантов или ингредиентов.

Следующие примеры служат для иллюстрации изобретения и не ограничивают объем изобре-

тения.

ПРИМЕРЫ

Пример 1: Состав

Водный раствор мепикватхлорида сушили с получением твердого мепикватхлорида с содержанием воды 0,2 вес. %. Этот продукт не являлся свободно текучим и слеживался после 2-дневного хранения в запаянном герметичном контейнере при комнатной температуре. Сразу же по окончании сушки 198 г твердого мепикватхлорида смешивали с 2 г Aerosil® 200 (высокодиспергируемая пирогенная кремниевая кислота, фирма DEGUSSA, Германия) в лабораторном смесителе с образованием гомогенной смеси. После хранения в герметичном контейнере в течение 1 месяца при комнатной температуре и 50°C слеживаемость не наблюдалась.

Смесь оставалась свободно текучей. Двадцать граммов смеси при комнатной температуре помещали в лабораторный сборник для разбрызгиваемого раствора, заполненный примерно 3,8 л (1 галлон) водопроводной воды. Мепикватхлорид полностью растворялся через 1 мин. На сетчатом фильтре 100 меш в лабораторном разбрызгивателе осадка не наблюдалось.

Пример 2: Водорастворимый пакет

Одну тысячу грамм смеси, описанной в примере 1, упаковывали в пакет, изготовленный из пленки из водорастворимого поливинилового

14

спирта (Monosol® M7030, фирма Chris-Craft Industries, США). Этот водорастворимый пакет при комнатной температуре помещали в сборник для разбрызгиваемого раствора, заполненный примерно 95 л (25 галлонов) водопроводной воды. Вода циркулировала через сетчатый фильтр 50 меш. Мепикватхлорид и пленка, из которой изготовлен пакет, растворялись полностью через 10 мин. На сетчатом фильтре 50 меш осадка не наблюдалось.

Пример 3: Состав таблетки

Девяносто пять грамм смеси, описанной в примере 1, и 5 г Divergan® F (мелкодисперсный порошок сшитого поливинилпирролидона, фирма BASF Corporation, США) смешивают в лабораторном смесителе. Таблетку весом 15 г диаметром 5,7 см (2,5 дюйма) изготавливали на ручном гидравлическом прессе. Таблетку при комнатной температуре помещали в сборник для разбрызгиваемого раствора, заполненный водопроводной водой. Таблетка полностью разрушалась, и мепикватхлорид растворялся через 10 мин. На сетчатом фильтре 50 меш сборника осадка не наблюдалось.

Пример 4: Состав

Сразу же после стадии сушки, как описано в примере 1, 294 г твердого мепикватхлорида смешивали с 6 г Sipernat® 50S в лабораторном смесителе с получением гомогенной смеси. После хранения в герметичном контейнере в течение 1 месяца при комнатной температуре и 50°C не происходило слеживания. Смесь оставалась свободно текучей.

Двадцать граммов смеси при комнатной температуре помещали в лабораторный сборник для

разбрызгиваемого раствора, заполненный примерно 3,8 л (1 галлон) водопроводной воды. Мепикватхлорид растворялся полностью через 1 мин. На сетчатом фильтре 100 меш в сборнике осадка не наблюдалось.

Пример 5: Водорастворимый пакет

100 г смеси, описанной в примере 4, упаковывали в пакет из пленки из водорастворимого поливинилового спирта (Monosol® M8532, фирма Chris-Craft Industries, США). Этот водорастворимый пакет при комнатной температуре помещали в сборник для разбрызгиваемого раствора, заполненный примерно 95 л (25 галлонов) водопроводной воды. Вода циркулировала через сетчатый фильтр 100 меш. Мепикватхлорид и пленка полностью растворялись через 10 мин. На сетчатом фильтре 100 меш осадка не наблюдалось.

Пример 6: Состав таблетки

С использованием смеси по примеру 4 на ручном гидравлическом прессе изготавливали таблетки весом 20 г и диаметром 5,7 см (2,5 дюйма). Пять таблеток при комнатной температуре помещали в сборник для разбрызгиваемого раствора, заполненный примерно 95 л (25 галлонов)

15 273
водопроводной воды. Таблетки разрушались полностью, и мепикватхлорид растворялся через 12 мин. На сетчатом фильтре 100 меш в сборнике осадка не наблюдалось.

Пример 7: Состав

Раствор мепикватхлорида с концентрацией 600 г/л помещали в питающий резервуар распылительной сушилки, снабженной рубашкой и перемешивающим приспособлением, и нагревали до 65°C подогретой водой. Нагретый раствор подавали насосом со скоростью 125 г/мин на распылительную шестеренку, вращающуюся со скоростью примерно 17000 об/мин в распылительной сушилке (например, Niro Utility). Двуокись кремния (Sipernat® 50S) из шнекового питателя с потерей в весе инжестировали через воздушный эдуктор в воздушную камеру для смешения с нагретым воздухом, поступающим в камеру. Двуокись кремния подавали в количестве 4 вес % в расчете на сухую основу раствора мепикватхлорида. Смесь двуокиси кремния/воздух при 200°C поступала затем в сушильную камеру, смешиваясь с каплями, образованными при распылении. Температура на выходе равнялась примерно 140°C. В процессе сушки порошок, выходящий из сушильной камеры, не прилипал к стенкам распылительной сушилки, каналов или циклонного сепаратора. Порошок оставался текучим в полиэтиленовом мешке, запечатанном в герметичном пластмассовом барабане.

Полученный порошок являлся текучим, содержал влагу в количестве 0,25 вес. %, имел объемный вес 0,29 г/мл в рыхлом состоянии и 0,38 г/мл в уплотненном состоянии, содержание золы составляло примерно 2 вес. %. По результатам анализа порошок содержал примерно 97 вес. % мепикватхлорида.

Пример 8

Пар под избыточным давлением 105 фунтов/дюйм² (7,38 кг/см²) вводили в лабораторную

сдвоенную барабанную сушилку, валки вращались со скоростью примерно 5 об/мин. Жидкий мепикватхлорид подавали из резервуара в зазор между валками со скоростью примерно 36 г/мин. Материал прилипал к валкам, и при вращении валков влага испарялась. Твердую пленку удаляли скабливанием ножом с валков и собирали. Собраный материал, не содержащий двуокиси кремния, быстро слеживался. Материал, который был собран и смешан с 2 вес. % двуокиси кремния (Sipernat® 50S) не слеживался и оставался текучим. Содержание влаги в полученном порошке равно примерно 1,2 вес. %, плотность в рыхлом состоянии равна 0,25 г/мл и в уплотненном состоянии 0,35 г/мл.

Пример 9

В сушилку Littleford с “механическим псевдооживленным слоем” объемом 130 л (Model FKM-130 с измельчающим ножом) загружали примерно 78 кг (171.6 фунта) водного раствора мепикватхлорида с концентрацией 600 г/л. Включали мешалку с лемешными лопастями, вращающимися со скоростью 155 об/мин, и в рубашку подавали пар под избыточным давлением 15 фунтов/дюйм².

16 16
Вакуумным насосом создавали вакуум, поддерживая в насосе разрежение 600 мм рт.ст. Выделившиеся пары пропускали через рукавный фильтр и затем конденсировали на оболочке корпуса конденсатора, используя холодную смесь гликоль/вода. Полученный конденсат собирали в приемнике.

По мере испарения сила тока, потребляемая двигателем лемехов, начинала возрастать. Затем задействовали измельчающие ножи и завершали сушку. В это время давление пара в рубашке постепенно увеличивали для удаления воды из образующейся пасты. По мере удаления воды паста отвердевала, при этом использование измельчающих ножей значительно повышало скорость сушки за счет разделения влажного материала и воздействия на внутреннюю влагу вакуума и тепла от горячих стенок сушилки. После прекращения дальнейшего удаления воды высушенный твердый остаток охлаждали, вводя холодную воду в рубашку аппарата. Затем к материалу добавляли примерно 2 вес. % двуокиси кремния и осуществляли смешение. После окончания смешения конечный продукт выгружали в барабан.

Полученный свободно текучий порошок состоял из частиц диаметром в интервале примерно 5-60 микрон с содержанием влаги примерно 0,08 вес. %, объемной плотностью, равной в рыхлом состоянии 0,63 и в уплотненном состоянии 0,79, и содержанием золы примерно 2 вес. %. Порошок содержал по результатам анализа примерно 97 вес. % мепикватхлорида. В конденсате верхнего потока мепикватхлорид не был обнаружен.

Пример 10

Около 4,5 кг (10 фунтов) порошка, полученного методом, описанным в примере 9, загружали в питательную воронку однозонного эксцентрикового пресса для изготовления таблеток (например, типа Stokes R), расположенного в помещении с низкой влажностью. Относительную влажность в

помещении поддерживали на уровне примерно 28% при температуре примерно 21-27°C (70-80°F). Пресс обеспечивал получение таблеток диаметром примерно 5,7 см (2,25 дюйма). После установления нужной величины давления и размера изготавливали таблетки весом примерно 21 г, таблетки хорошо сохраняли свою целостность. Твердость, измеренная прибором RIMAC, равна примерно 9,5 кгс (21 фунт-сила). Было установлено, что таблетки поглощали менее 0,3 вес. % влаги во время этой операции. Таблетки имели толщину примерно 0,8-0,9 см. Таблетки растворялись в воде при умеренном перемешивании через примерно 7-9 мин и полученная жидкость не оставляла никакого остатка при прохождении через сетчатый фильтр 150 микрон (100 меш).

Пример 11

Порошок мепикватхлорида, полученный методом с использованием вальцово-сушилки по примеру 8, подвергали таблетированию (например, в прессе Carver). Давление в прессе изменяли от 6 до 7 метрических тонн, от 8 до 9 метрических тонн, от 10 до 11 метрических тонн, каждое повышение длилось 1 мин. Сформованные таблетки диаметром 2,26 дюйма имели толщину 6,1-6,6 мм (0,24-0,26 дюйма) и вес 15,3-15,6 г, предел прочности при разрыве составлял 4-10 кг (9-22,3 фунта) при определении при помощи модифицированного электронного прибора Chatillon, модель DFI-50, смонтированного на ручном испытательном стенде модели LTC. Таблетки растворяли в 750 мл воды с жесткостью 342 част./млн при перемешивании магнитной мешалкой, они полностью растворялись через 0,9-4,7 мин.

Пример 12

Порошок мепикватхлорида, полученный методом по примеру 9 с использованием сушилки Littleford, подвергали таблетированию (например,

в прессе Carver). Давление в прессе изменялось от 8 до 9 метрических тонн и от 10 до 11 метрических тонн, каждое повышение длилось 1 мин. Полученные таблетки диаметром 2,26 дюйма имели толщину 6,1-6,6 мм (0,24-0,26 дюйма), вес 15,3-15,7 г, предел прочности при разрыве 7,7-14,5 кг (17-32 фунта), определенный при помощи модифицированного электронного прибора Chatillon, модель DFI-50, смонтированного на ручном испытательном стенде модели LTC. Таблетки растворяли в 750 мл воды с жесткостью 342 част./млн при перемешивании магнитной мешалкой, они полностью растворялись через 4,4-5,8 мин.

Пример 13

Порошок мепикватхлорида, полученный способом по примеру 7 с использованием распылительной сушилки, подвергали таблетированию (например, в прессе Carver). Давление в прессе изменяли от 6 до 7 метрических тонн, от 8 до 9 метрических тонн и от 10 до 11 метрических тонн, каждое повышение длилось 1 мин. Полученные таблетки диаметром 5,74 см (2,2 дюйма) имели толщину 5,8-7,1 мм (0,23-0,28 дюйма), вес 14,4-15,7 г, предел прочности при разрыве 7,48-24,9 кг (16,5-55 фунтов), определенный на модифицированном электронном приборе Chatillon, модель DFI-50, смонтированном на ручном испытательном стенде модели LTC. Таблетки растворяли в 750 мл воды с жесткостью 342 част./млн при перемешивании магнитной мешалкой, они растворялись полностью через 3,8-4,8 мин.

Хотя выше для иллюстрации изобретения были описаны конкретные варианты его выполнения, для специалиста в данной области техники очевидно, что в настоящее изобретение могут быть внесены многочисленные изменения, касающиеся деталей, не выходя за рамки изобретения, определяемые формулой изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Состав регулятора роста растений в твердой форме, включающий гидрат синтетической аморфной двуокиси кремния и эффективное количество 1,1-диметилпиперидинийхлорида, в котором весовое отношение гидрата синтетической аморфной двуокиси кремния к 1,1-диметилпиперидинийхлориду составляет примерно от 0,2:100 до 3:100.

2. Способ получения состава регулятора роста растений по п.1 с использованием распылительной сушилки, включающий:

(I) сушку 1,1-диметилпиперидинийхлорида и

(II) смешение с эффективным количеством гидрата синтетической аморфной двуокиси кремния.

3. Способ получения состава регулятора роста растений по п.1 с использованием распылительной сушилки, включающий:

(I) впрыскивание с регулируемой скоростью исходного водного раствора 1,1-диметилпиперидинийхлорида в распылительную сушилку и

(II) впрыскивание с регулируемой скоростью гидрата синтетической аморфной двуокиси кремния во входящий поток воздуха в распылительной сушилке.

4. Способ получения состава регулятора роста растений по п.1 с использованием двухвальцовой сушилки, включающий:

(I) загрузку с постоянной скоростью исходного водного раствора 1,1-диметилпиперидинийхлорида и гидрата синтетической аморфной двуокиси кремния в двухвальцовую сушилку, снабженную внутренним устройством для создания повышенного давления и приспособлением для соскабливания;

(II) вращение каждого барабана двухвальцо

вой сушилки навстречу друг другу;
 (III) удаление твердой пленки, образовавшейся на внутренней поверхности барабана, приспособлением для соскабливания.

5. Способ получения состава регулятора роста растений по п.1 с использованием вакуумной сушилки периодического действия, включающий:

(I) загрузку с регулируемой скоростью исходного водного раствора 1,1-диметилпиперидинийхлорида и гидрата синтетической аморфной двуокиси кремния в вакуумную сушилку периодического действия, снабженную приспособлением для измельчения, приспособлением для перемешивания и паровой рубашкой;

(II) подачу пара в паровую рубашку;

(III) создание вакуума в вакуумной сушилке периодического действия при помощи устройства для создания вакуума;

(IV) перемешивание исходного водного раствора в вакуумной сушилке периодического действия;

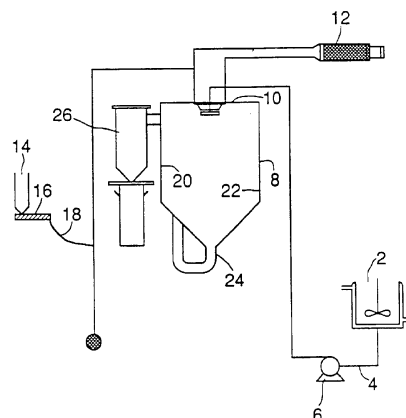
(V) выпаривание воды из исходного водного раствора и

(VI) переработку в порошок путем измельчения пасты, полученной на стадии (V).

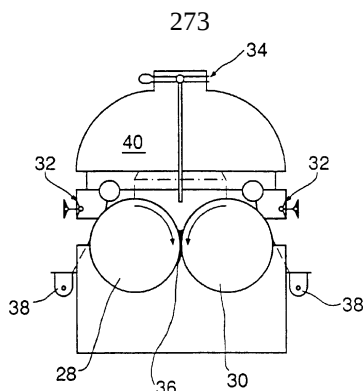
6. Порошок, полученный одним из способов по п.п. 2-5.

7. Таблетка, изготовленная из порошка по п.6.

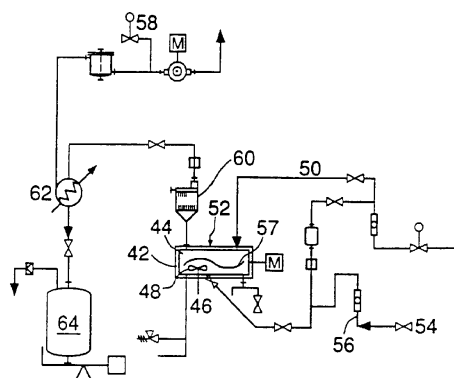
8. Водорастворимый мешок, содержащий порошок по п.6.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3