SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19)

ÚRAD PRIEMYSELNÉHO VLASTNÍCTVA

ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(21) 4087-91

(13) A3

(22) 27.12.91

5(51) B 01 J 2/02, 2/06

(32) 22.03.89

(31) P 39 09455.3

(33) DE

(40) 02.03.94

(71) HOECHST AKTIENGESELSCHAFT, Franfurt am Main, DE;

(72) SCHLICHT Rainer, Frankfurt am Main, DE; RÖCHLING Hans, Frankfurt am Main, DE; ALBRECHT Konrad,Frankfurt am Main, DE;

(54) Spôsob výroby dispergovaných granulí vo vode

(57) Granule sa pripravujú z prášku aktívnej látky rozprašovaním vodnej disperzie alebo roztoku protiprúdovo do prúdu plynu vo fluidnej komore. Vyvolá sa fluidizácia pričom tvorba granulí sa zahájí v spúšťacej fáze pri 10 % až 60 % prúde plynu. Dávkovacia rýchlosť disperzie je 30 %. V tejto fáze je tvorba granulí pri maximálnom prúde plynu a maximálnej dávkovacej rýchlosti. Granule pripravené týmto postupom sa používajú ako prostriedky pre ochranu rastlín alebo na prostriedky pre potlačovanie škodcov.

PV 4087-91

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY
PŘIJ.
07 11 91
0 0 6 9 7 1

Způsob výroby granulí dispergovatelných ve vodě

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby vodou dispergovatelných granulí, které se výhodně používají při ochraně rostlin.

Dosavadní stav techniky

Prostředky pro ochranu rotlin jsou nabízeny hlavně ve formě smáčitelných prášků, emulgovatelných koncentrátů nebo vodných disperzí. Postřikové kapaliny se připravují rozmícháním těchto prostředků ve vodě.

Manipulace s těmito formami přípravků není bez problémů. Výroba a použití směsí smáčitelných prášků často vede k obtížím vyvolaným prachem.

Emulgovatelné koncentráty obsahují rozpouštědla, která mohou být snadno vznětlivá, mohou dráždit kůži nebo mohou vyvolat pachové potíže.

Když se uskladňují po dlouhou dobu, mohou disperze tvořit sedimenty, které se obtížně roztřepávají. Navíc jsou zde často problémy týkající se použití balicích materiálů při tomto typu směsi.

Vodou dispergovatelné granule /známé jako "WDG"/ nemají tyto nevýhody, protože volně proudí, mají nízký obsah prachu a jsou snadno odměřovatelné. Mohou být bez problémů baleny v polyethylenových nádobách, vyztužených pytlících, vyrobených z laminované fólie /papír/hliník/plastická hmota/ nebo lepenkových válcích, kterými může být snadno nakládáno.

Početné postupy jsou dostupné pro průmyslovou výrobu dispergovatelných granulí /viz H.B. Ries "Granuliertechnik und Granuliergeräte" /Granulační technologie a granulační zařízení// v Aufbereitungstechnik č. 3, 1970, str. 147 a M. Rosch a R. Probst ve Verfahrenstechnik 9 /1975/, str. 59 až 64. Zejména je známé připravovat vodou dispergovatelné granule fluidním postupem, který může být řízen protiproudně nebo souproudně.

Patentové popisy US-A 3 920 442 a GB-A 1 401 304 a také M. Rosch a R. Probst v Verfahrenstechnik 9 /1975/ str. 59 popisují protiproudý postup, při němž prášek aktivní sloučeniny, v podstatě jemně rozemletý a smíchaný s inertním materiálem a pomocnými prostředky, je fluidován proudem vzduchu vstupujícím zespoda a je aglomerován pomocí roztoku adhesiva rozstřikovaného ze shora.

Při souproudém postupu, jak je popsán v EP-A 0026918, EP-A 0141436 a EP-A 0141437 a v Verfahrenstechnik 9 /1975/, str. 61/62 se roztok, tavenina nebo disperze produktu rozstřikuje do výrobní nádoby granulačního zařízení v souproudu se vzduchem, který fluiduje tuhou látku.

Aby se zajistilo uspokojivé použití, vodou dispergovatelné granule musí být snadno smáčeny, když se zavedou do vody, musí se rozpadat tak spontánně, jak je to jen možné a musí vytvořit suspenzi s dobrými suspenzními vlastnostmi. V případě granulí, vyrobených fluidním postupem, jsou smáčitelnost a suspenzní vlastnosti určeny parametry procesního inženýrství a použitými formulačními prostředky.

Tak granule - zrna, které jsou snadno dispergovatelné a také mají odpovídající mechanickou pevnost, se získají protiproudým postupem fluidní granulací, když je vhodný formulační předpis.

Na druhé straně použití disperze aktivní sloučeniny, které se obvykle používá v souproudém postupu, protože tento výchozí materiál pro granule je lacinější než použití práškové aktivní sloučeniny, protože mokré mletí je snadnější při provádění v průmyslu než suché mletí.

Disperze aktivních sloučenin dosud nebyly používány pro přípravu vodou dispergovatelných granulí ve fluidním protiproudém postupu, který je výhodný pro vlastnosti těchto granulí. Komerční fluidní granulační zařízení jako je například zařízení firem Glatt a Aerometik pracuje na principu protiproudého postupu a je určeno pro granulaci jemně mletých práškových směsí; požadované granule se získají rozstřikováním roztoku adhesiva do prášku, který je fluidován horkým vzduchem. Zařízení pracuje přetržitě /M. Rosch a R. Probst v Verfahrenstechnik 9 /1975/, str. 59 nebo D. Jones, Introduction to Fluid Bed Granulating, Glatt GmbH, D-7851 Binzen/Lörrech.

Když granule mají být připraveny disperzí aktivních sloučenin v popsaných zařízeních, prášek téže směsi jako suchá látka v disperzi, která má být granulována, se požaduje na počátku tohoto postupu jako počáteční vsázka.

Prášek tohoto typu může být získán buď sušením disperze ve sprchové věži nebo smícháním aktivní sloučeniny s formulačními prostředky a pak suchým mletím. Obě metody jsou složité a nákladné, protože vyžadují další zařízení.

Podstata vynálezu

Nyní bylo překvapivě zjištěno, že disperze aktivních sloučenin mohou být granulovány bez dalšího zařízení v protiproudých granulačních zařízeních bez prvotní přeměny na jemný

prášek sušením a mletím, když se granulační postup provádí na začátku spouštěcím postupem definovaným určitými parametry. Tento proces se mimo jiné může provádět pomocí protiproudých granulačních ~~ří~~ zařízení, které mohou být použity jak je výše uvedeno pro granulaci prášků.

Vynález se týká způsobu výroby ve vodě dispergovatelných granulí z vodných disperzí nebo roztoků tuhých látek, které také obsahují případně formulační pomocné prostředky, který zahrnuje rozstřikování vodné disperze nebo roztoku protiproudým principem do proudu plynu fluidní komory a vyvolání fluidace, přičemž se zpočátku tvoří granule ve spouštěcí fázi při 10 až 60% z maximálního proudu plynu a při jen až 30 % z maxima dávkovací rychlosti disperze nebo roztoku a následně se zvýší dávkovací rychlost a proud plynu až na maximální hodnoty pro dávkovací rychlost a proud plynu a v hlavní fázi se pokračuje tvorba granulí při maximálním proudu plynu a maximální dávkovací rychlosti.

Zejména je výhodné začít granulační proces s prázdnou fluidní komorou, /to je bez počáteční vsázky vodné disperze nebo roztoku/, při 40 až 50 % maxima proudu plynu a při 5 až 15 procentech maxima dávkovací rychlosti disperze nebo roztoku.

Vhodné plyny jsou ty, které jsou inertní za podmínek tohoto postupu.

Vstupní teplota plynu se udržuje přibližně konstantní, výhodně na požadované hodnotě během celého postupu. Vstupní teplota plynu je výhodně v rozmezí od 90 °C do 180 °C, zejména 120 °C až 150 °C.

Optimální způsob zpracování ve spouštěcí fázi vzhledem k intenzitě a teplotě proudu plynu, teplota granulí a dávkova-

cí rychlost disperze mohou být snadno určeny v individuálním případě například použitím provozních zkoušek.

Protiproudá zařízení vhodné pro způsob tohoto vynálezu jsou ta, která jsou jinak určena pro přípravu granulí z práškovitých tuhých látek. Obvyklá zařízení pro granulaci prášků zpravidla obsahují fluidní komoru, do které vstupuje proud plynu /ve většině případů suchý, ohřátý vzduch, dusík, oxid uhličitý nebo jejich směsi/ skrz děrovanou desku a adhesivní roztok se rozstřikuje tryskou ze shora /protiproudu plynu/ do prášku předběžně uloženého ve fluidní komoře.

V případě podle vynálezu však není žádný prášek předběžně uložen, ale disperze nebo roztok tuhé látky, která má být granulována, se rozstřikuje do fluidní komory tryskou určenou zmíněnou, místo roztoku adhesiva. Trysky, použité podle vynálezu mohou být různé, výhodně jednoproudé nebo dvouproudé trysky.

Zpravidla granulační zařízení také obsahují hlavní filtr, který je uspořádán nad zmíněnou tryskou a zachycuje jemné částice nebo prachy nesené pryč proudem plynu. Hlavní filtr výhodně sestává ze dvou paralelních filtrů, které jsou střídavě vibrovány v krátké souslednosti tak, že zachycené rozpadlé granule a prachy padají zpět do fluidní komory.

Pro provádění tohoto způsobu podle vynálezu pomocí granulačních zařízení by se měla dávkovací rychlost ve spouštěcí fázi nastavit tak, aby vyhovovala sušicím vlastnostem granulí. Ve výhodném postupu dávkovací rychlost ve spouštěcí fázi vzrůstá v podstatě současně s proudem plynu takovou rychlostí, že teplota t granulí, které se vytvoří, zůstává v rozmezí od /t_m + 20 °C/ až /t_m -20 °C/, zejména /t_m + 5 °C/

až /t_m - 5 °C/, kde t_m = průměrná hodnota teploty ve stupních Celsia.

Například dávkovací rychlost disperze ve spouštěcí fázi může být zvyšována postupně nebo kontinuálně, přičemž maximální dávkovací rychlosti se dosáhne výhodně po 10 až 50 minutách, zejména 20 až 30 minutách. V případě postupného odměřování se dávkovací rychlost zvyšuje například v 0,1 až 4 minutovém cyklu o 1 až 5 % maximální dávkovací rychlosti. Optimální zvyšování dávkovací rychlosti v individuálním případě závisí na směsi a na sušicích vlastnostech granulí.

Požadovaná teplota produktu se výhodně udržuje v podstatě konstantní současným zvýšením v proudu plynu. Když se dosáhne maximálního proudu plynu, pak se tento proud také udržuje přibližně konstantní a teplota produktu až do maximálního naplnění komory se řídí měřením v disperzi. Když se dokončí rozstřikování, vibrace hlavního filtru se vypne a získané granule se zpravidla následně vysuší udržováním proudu plynu, přičemž dávkování disperze nebo roztoku je zastaveno.

Když byl produkt odebrán, prach shromážděný v hlavním filtru se odstraní vibrací a je pak připraven pro další vsázku. Množství tohoto prachu závisí na složení směsi a může být využit v následující vsázce pro urychlení rychlosti zvyšování a tak pro zkrácení spouštěcího programu.

Popsaný způsob může být výhodně použit pro granulaci disperzí a roztoků aktivních sloučenin. Disperze nebo roztoky mají výhodně obsah tuhých látek 20 až 70 % hmotnostních, zejména 35 až 60 % hmotnostních.

Popsaný způsob může být použit pro granulaci těch materiálů, ze kterých může být připravena vodná disperze nebo vodný roztok. Jsou to výhodně tuhé látky, které jsou dispergovatelné ve vodě, případně v přítomnosti vhodných dispergačních prostředků.

Když se použije disperze, běžná omezení, za kterých je pouze možné mlít materiály, které mají teplotu tání vyšší než 70 °C neplatí, protože v tomto případě se disperze pouze využívá ve formě meziproduktu a může být tudíž během přípravy chlazena a i během uskladnění.

Příklady materiálů, které mají požadované fyzikálně chemické vlastnosti a mohou být zpracovány jako ve vodě dispergovatelné granule postupem zde popsaným, jsou tuhé látky, které náležejí do skupiny zahrnující organické a anorganické ochranné prostředky rostlin a prostředky pro potlačení škůdců, pigmenty a jiné suroviny.

Tento postup má zvláštní význam pro přípravu granulí používajících aktivní sloučeniny náležející do skupiny zahrnující pesticidy, zejména herbicidy, insekticidy nebo fungicidy.

Příklady vhodných aktivních sloučenin jsou herbicidní močovinové deriváty, jako je například linuron, monolinuron, isoproturon nebo diuron nebo substituované estery fenoxypropionové kyseliny, jako je například fenoxapropethyl nebo diklofopmethyl, totální herbicidy, jako jsou amoniumglufosinaty nebo glyfosaty nebo insekticidy náležející do skupiny zahrnují pyrethroidy jako je například deltamethrin nebo chlorované bicyklické sloučeniny jako je endosulfan nebo fungicidy náležející do skupiny zahrnující trifenylcínové sloučeniny, jako je například fentinhydroxid nebo fentin-

acetat nebo v benzimidazolové deriváty jako je karbendazim nebo dithiokarbamaty jako je maneb nebo makozeb a také kombinace trifenylcínových sloučenin nebo benzimidazolových derivátů s dithiokarbamaty. Tyto sloučeniny a početné analogy jsou popsány v Ch. R. Wirthing, S. B. EWalker "The Pesticide Manual, British Crop Protection Council".

Disperze nebo roztok tuhých látek, které mají být granulovány ve většině případů také obsahuje jiné tuhé nebo kapalné látky, jako pomocné prostředky, které jsou buď nezbytné pro technické vlastnosti týkající se použití těchto látek nebo aktivních sloučenin a/nebo podněcují tvorbu granulí. Například disperze nebo roztoky pesticidů mohou obsahovat obvyklé formulační pomocné prostředky, které se vyžadují pro technické vlastnosti týkající se použití pesticidů a jejich optimálního biologického působení a ve vodě dispergovatelných granulí, jako jsou například smáčecí a dispergační prostředky, penetrační promotory, adhesiva, látky způsobující lepivost, stabilizátory a tak dále.

Příklady vhodných smáčecích a dispergačních prostředků jsou aniontové nebo kationtové amfoterní nebo neiontové povrchově aktivní látky, zejména obvyklé aniontové dispergační prostředky jako je sodná sůl, sulfonové kyseliny vytvořená z n-kresolu + formaldehydu + siřičitanu sodného /dispergační prostředek 1494^{R}/, oleoylmethyltaurid sodný /^{R}Arkopon T/, methoxyligninsulfonat sodný /^{R}Vanisperse CB/, ligninsulfonat sodný /^{R}Borresperse 3 A/, methylnaftalensulfonat sodný /^{R}Supragil MNS 90/, sodná sůl 3-nukleus-nonylfenolmovolak-18EO poloviční ester sulfojantarové kyseliny /dispergační prostředek 1728^{R}, 18EO = ethoxylovaný 18 moly/ /mol ethylenoxidu/ a sodné sůl polovičního esteru isodecylsulfojantarové kyseliny.

Sodná sůl dinaftylmethandisulfonové kyseliny /^{R}Dispersogen A, ^{R}Tamol NNO/, sodná sůl sulfonové kyseliny vytvořené z kresolu + formaldehydu + siřičitanu sodného + + hydroxynaftalensulfonové kyseliny /dispergační prostředek SS^{R}/, sodná sůl dibutylnaftalensulfonové kyseliny, polykarboxylat sodný /^{R}Sopropon T 36/, polykarboxylat draselný /^{R}Dispersant DG/, fenylsulfonat sodný /^{R}Dispersant GN/, alkylnaftalensulfonat sodný /^{R}Supragil WE/, naftalensulfonat sodný, kondenzovaný /^{R}Supragil NS 90/, sodná nebo draselná sůl karboxylovaného kopolymeru v kombinaci s aniontovým dispergačním prostředkem /^{R}Geropon Sc 211 nebo 213, Rhône Poulends/ a ligninsulfonaty vápenaté nebo sodné velmi rozmanitého původu.

Disperze nebo roztoky mohou také obsahovat adhesiva jako jsou například škrobový sirup, dextrosa, různé typy celulosy, například methylcelulosa, nebo karboxymethylcelulosa /například druhy ^{R}Tylose/, polyethylenglykoly, zejména částečně zmýdelněný polyvinylacetat /^{R}Mowiol typy, například 3/83/ a polyvinylpyrrolidon /^{R}Luviskol typy, například ^{R}Luviskol K 30/.

Navíc granule mohou obsahovat inertní materiály, jako je SiO_2, křída, škrob a kaoliny, pojiva jako je polyvinylpyrrolidon, sacharidy a polyvinylalkohol, protipěnivé prostředky jako jsou trialkylfosfoaty nebo prostředky, které podněcují roztrhání granulí - zrn ve vodě, jako je trifosforečnan pentasodný.

Obsah aktivní sloučeniny v granulích podle tohoto vynálezu je 1 až 95 % hmotnostních, zejména 40 až 90 % hmotnostních.

Příklady provedení vynálezu

A/ Obecný popis způsobu podle přiloženého výkresu

Disperze nebo roztok, který má být vysušen rozprašováním se zpočátku uloží do nádrže 1. Zařízení se pak pokryje dusíkem. Pak se uvede do pohybu cirkulace suchého plynu pomocí ventilátoru 2. V průběhu toho se suchý plyn zahřívá na požadovanou teplotu v ohřívákú 3 a pak po proudění fluidní komorou 4 se ochladí na požadovanou teplotu v chladiči 5. Obě teploty jsou během celého postupu konstantní.

Množství plynu použitého v cirkulačním systému může být nastaveno plynovým klapkovým ventilem 6. Když teplota v prázdné fluidní komoře dosáhne požadované úrovně, tryska 9 /dvouproudá tryska/ se uvede do provozu zapnutím kompresoru 7 a čerpadla 8. Tryska přijímé proud dusíku, který pomáhé rozprašovacímu sušení disperze nebo roztoku a který je nastaven, aby vyhovoval proudu suchého plynu. Na začátku se použije malé množství kapaliny a to se stejnoměrně zvyšuje podle příslušného spouštěcího programu. Množství suchého plynu se zvyšuje tak, že výrobní teplota se udržuje konstantní na požadované úrovni.

Hlavní filtr 10 sestává ze dvou nebo více subfiltrů, kterými se nechá proudit proud plynu nebo střídavě nenechá proudit v krátkém sledu otevřením a zavřením odpovídajících uzavíracích ventilů 12 a které jsou vibrovány pomocí ovládacího ozubeného kola 11, v každém případě s přerušeným prouděním plynu, takže vytvořený prach padá zpět znovu do fluidní komory.

Když se dosáhne maximálního množství suchého plynu, postup přechází na konstantní hlavní program, při kterém se

provádějí operace při požadované produkční teplotě při nejvyšším možném výkonu. Voda z disperze nebo roztoku se vypouští pomocí chladiče 5 přes kondenzační nádrž 5a a může pak být použita pro přípravu nového roztoku nebo disperze a tak znovu použita v tomto postupu.

Když se dosáhne maximálního naplnění fluidní komory, čerpadlo, kompresor a vibrace se vypnou. To je následováno krátkou dosušovací a třídicí fází vzduchem. Ventilátor a ostatní jednotky se pak vypnou. Když se odeberou granule, může být zahájen nový proces popsaným způsobem. Zpravidla zařízení také obsahuje připojení a regulátory pro přívod a odstraňování dusíku a také regulátory tlaku.

Navíc zařízení může také obsahovat další filtry pro zachycování velmi jemných prachů.

B/ Zkušební metody

Byla zřízena klasifikační stupnice od 1 do 4 jako základ pro zhodnocení spontánní dispergovatelnosti směsných granulí ve vodě:

1 g granulí se uloží do 1litrového měřicího válce naplněného standardizovanou vodou /30 °C, 342 ppm tvrdosti vody/. Po 1 minutě se měřicí válec pomalu otočí o 180 ° a uvede se zpět do počáteční polohy. Tento postup se opakuje 3 x.

Klasifikační stupnice:

1 = všechna zrna granulí jsou dispergována
Jestliže jsou přítomny po první zkoušce nedispergované granule - zrna, směs se znovu třikrát protřepe jak je popsáno

2 minuty po začátku zkoušky a výsledek se vyhodnotí následovně:

2 = granule jsou nyní úplně dispergovány.
3 = zbytky granulí nejsou dispergovány.
4 = granule jsou převážně nedispergovány.

Suspendační vlastnost je označena jako množství přípravku /% hmotnostní/, které je přítomno ve vrchních 9/10 objemu suspenze po uplynutí sedimentační doby 30 minut. /Viz CIPAC Handbook sv. 1 /1970, str. 861/

Množství látky, které zůstává na sítu 250 mikrometrů nebo 71 mikrometrů po proplachování po dobu 10 minut určitým množstvím vody, je stanoveno jako vlhký zbytek na sítu. Popis této metody je uveden ve "Specification for pesticides used in public health", WHO Geneva, str. 281 /1973/. /Údaje pro pesticidy používané ve zdravotnictví./

C/ Ilustrativní provedení

V následujících příkladech jsou uvedená procenta procenty hmotnostními, pokud není jinak uvedeno.

Příklad 1

Příprava vodou dispergovatelných granulí s isoproturonem

30,5 kg 42,4%ní vodné disperze N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny /isoproturon/ a obvyklé pomocné prostředky mající celkový obsah sušiny 53 % se na začátku uloží do granulačního zařízení s fluidní vrstvou popsaného pod A/ a zpočátku se všechny konstantní parametry nastaví

následovně:

teplota suchého plynu: 150 °C
teplota chladiče: 33 °C.

Potom, kdy teplota ve fluidní komoře dosáhne 50 °C se postup zahájí při rychlosti suchého plynu 250 m^3 za hodinu a dávkování disperze 50 g/min. Dávkovací rychlost disperze tryskou 9 /viz výkres/ se zvyšuje o 25 g za minutu po každé minutě během spouštěcí fáze. Proud suchého dusíku řízený plynovým klapkovým ventilem se zvyšuje současně tak, že produkční teplota zůstává konstantní 50 °C.

Granulace se dokončí při maximálním proudu plynu 600 m^3 za hodinu a dávkovací rychlosti 710 g/min.

Po dosušení a třídění vzduchem se granule odeberou z fluidní komory.

Výtěžek	16 kg granulí obsahujících 80,5 % aktivní látky
průměrná velikost částic	0,73 mm
spontánní dispergovatelnost	1
vlhké zbytky na sítu	na 0,25 mm méně než 0,01 %, na 0,071 mm méně než 0,1 %
suspendační vlastnost	99 %
obsah vlhkosti	0,5 %.

Příklad 2

Příprava ve vodě dispergovatelných granulí s trifenylcín-hydroxidem /TPTH/.

28 kg 43%ního vodné disperze TPTH o obsahu sušiny 53,7 % bylo zpočátku uloženo v granulačním zařízení s fluidní vrstvou popsaném pod A/. Zpočátku byly seřízeny všechny konstantní parametry následovně:

teplota suchého vzduchu	120 °C
teplota chlediče	33 °C.

Když teplota ve fluidní komoře dosáhla 55 °C, byla zahájena tvorba granulí analogicky jako v příkladu 1 při proudu suchého plynu 200 m^3/hod a dávkovací rychlosti 25 g za minutu pro disperzi.

Po každé 1,5 minutě byla dávkovací rychlost zvýšena o 25 g za minutu. Současně byla zvýšena rychlost suchého plynu v takové míře, že teplota vytvořených granulí /teplota produktu/ zůstala v podstatě konstantní na 50 °C.

Granulace byla dokončena při proudu suchého plynu 600 m^3/hod a dávkovací rychlosti 400 g/min.

Následně po dosušení a třídění vzduchem byly granule odebrány z fluidní komory 4.

Výtěžek	15 kg granulí obsahujících 80,3 % aktivní látky
průměrná velikost částic	0,410 mm
spontánní dispergovatelnost	1
vlhký zbytek na sítu	na 0,25 mm menší než 0,01 %

vlhký zbytek na sítu	na 0,071 mm menší než 0,1 %
suspendační vlastnost	88 %
obsah vlhkosti	0,7 %

Příklad 3

Příprava ve vodě dispergovatelných granulí s amoniumglufosinatem

34,5 kg 7,6%ního vodného roztoku amoniumglufosinatu a pomocných prostředků o obsahu sušiny 38 % bylo na počátku uloženo ve fluidním granulačním zařízení, které bylo výše popsáno. Zpočátku byly parametry nastaveny následovně:

Teplota suchého plynu	150 °C
teplota chladiče	33 °C.

Když teplota ve fluidní komoře dosáhla 95 °C, byla zahájena tvorba granulí při proudu suchého vzduchu plynu 350 m^3/hod a dávkovací rychlosti 25 g za minutu pro roztok aktivní sloučeniny.

Dávkovací rychlost byla zvýšena o 25 g/min po každých 4 minutách. Proud suchého plynu byl současně zvyšován v takové míře, že teplota produktu mohla být udržována v podstatě konstantní při asi 90 °C.

Granulace byla ukončena při proudu suchého plynu při 600 m^3/hod a dávkovací rychlosti 280 g/min.

Následně po dosušení a třídění vzduchem byly granule odebrány.

Výtěžek	13 kg granulí obsahujících 20,7 % aktivní látky
průměrná velikost částic	1,1 mm
spontánní dispergovatelnost	2
vlhký zbytek na sítu	na 0,25 mm menší než 0,01 %
	na 0,071 mm menší než 0,1 %
suspendační vlastnost	čirý roztok
obsah vlhkosti	1,5 %.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby granulí dispergovatelných ve vodě z vodných disperzí nebo roztoků tuhých látek, také případně obsahujících pomocné prostředky, vyznačený tím, že se rozstřikuje vodná disperze nebo roztok protiproudým principem do proudu plynu fluidní komory a vyvolá se jejich fluidace, přičemž se zahájí tvorba granulí ve spouštěcí fázi při 10 až 60 % maximálního proudu plynu a při jenom do 30 % maximální dávkovací rychlosti disperze nebo roztoku a následně se zvyšuje dávkovací rychlost a proud plynu až do maximálníhh hodnot pro dávkovací rychlost a proud plynu a v této hlavní fázi pokračuje tvorba granulí při maximálním proudu plynu a maximální dávkovací rychlosti.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že tvorba granulí se zahájí ve spoáštěcí fázi při 40 až 50 % maxima proudu plynu a při 5 až 15 % maxima dávkovací rychlosti disperze nebo roztoku.

3. Způsob podle bodu 1 nebo 2 vyznačený tím, že proud plynu na vstupu do fluidní komory má teplotu v rozmezí od 90 do 180 °C, zejména 120 až 150 °C.

4. Způsob podle alespoň jednoho bodu 1 až 3 vyznačený tím, že proud plynu před vstupem do fluidní komory má konstantní teplotu během postupu.

5. Způsob podle alespoň jednoho bodu 1 až 4 vyznačený tím, že dávkovací rychlost ve spouštěcí fázi se zvyšuje v podstatě současně s proudem plynu v takové míře, že teplota t granulí vytvořených je v rozmezí od t_m + 20 °C do t_m - 20 °C, kde t_m = průměrná hodnota teploty ve °C.

6. Způsob podle alespoň jednoho bodu 1 až 5 vyznačený tím, že dávkovací rychlost ve spouštěcí fázi se zvýší v 0,1 minutovém až 4 minutovém cyklu o 1 až 5 % maximální dávkovací rychlosti na cykl, nebo se dávkovací rychlost ve spouštěcí fázi zvyšuje kontinuálně.

7. Způsob podle alespoň jednoho z bodů 1 až 6 vyznačený tím, že jemné granule a prachy, odnášené proudem plynu, se zachycují filtrem umístěným po směru proudu a tento filtr se protřepává kontinuálně nebo v časových intervalech během postupu a zachycené granule nebo prachy padají zpět do fluidní komory nebo jsou tam vedeny.

8. Způsob podle alespoň jednoho z bodů 1 až 7 vyznačený tím, že tuhé látky dispergované nebo rozpuštěné v disperzi nebo roztoku jsou aktivní sloučeniny náležející do skupiny zahrnující pesticidy případně v přítomnosti formulačních pomocných prostředků, které jsou obvyklé pro pesticidy a granule.

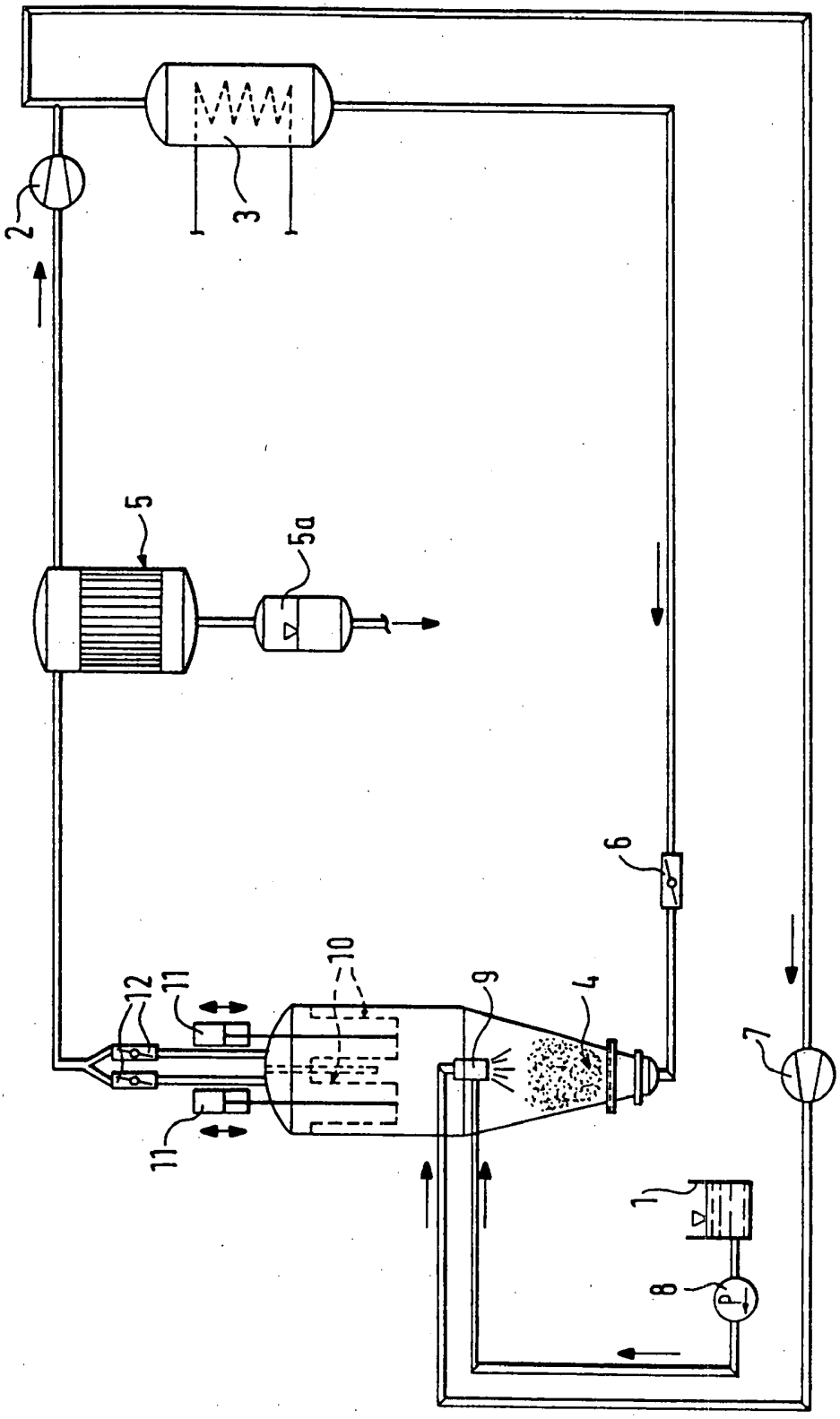
9. Způsob podle alespoň jednoho bodu 1 až 8 vyznačený tím, že disperze nebo roztok obsahuje alespoň jedno adhesivum, látku vyvolávající lepivost, smáčecí a dispergační prostředky a stabilizátory, které jsou užitečné pro tvorbu granulí.

10. Granule dispergovatelné ve vodě vyznačené tím, že jsou připraveny způsobem popsaným v alespoň jednom z bodů 1 až 9.

11. Použití granulí připravených způsobem nárokovaným v bodě 8 jako prostředků pro ochranu rostlin nebo prostředků pro potlačování škůdců.

12. Způsob výroby granulí dispergovatelných ve vodě v podstatě jak je zde popsán s odkazem na příklady provedení a výkres.

PV 4087-91



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ
25. III. 92
01626