

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET  
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT



(11) 159478 B

(21) Patentansøgning nr.: 1541/85

(51) Int.Cl.<sup>5</sup> B 01 J 2/16

(22) Indleveringsdag: 03 apr 1985

(41) Alm. tilgængelig: 08 okt 1985

(44) Fremlagt: 22 okt 1990

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 07 apr 1984 DE 3413200 02 mar 1985 DE 3507376

(71) Ansøger: \*Bayer Aktiengesellschaft; 5090 Leverkusen, DE

(72) Opfinder: Hans \*Uhlemann; DE, Burkhard \*Braun; DE, Heinz \*Hausmann; DE, Gerhard \*Stopp; DE, Horst \*Karkossa; DE

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

(54) Fremgangsmåde og apparat til fremstilling af granulater samt granulat fremstillet ved fremgangsmåden

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

1541-85

Granulater med snæver kornstørrelsesfordeling fremstilles ved, at

- produktet, der skal granuleres, i flydende form sprøjtes ind i et hvirvellag,
- andelene af fint materiale, der undviger med afgangsgassen fra hvirvellaget, fraskilles og føres tilbage til hvirvellaget som kim for granulatdannelsen,
- granuleringsprocessen udelukkende ved indstilling af sorteringsgasstrømmen påvirkes således, at der dannes granulat Korn med den af sorteringsgasstrømmen givne størrelse,
- det færdige granulat alene via en eller flere modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordninger, der er indsat i hvirvellagsapparaturets tilstrømningsbund, udtages, og
- det fremstillede granulat eventuelt underkastes en termisk efterbehandling.

Et apparat til kontinuerlig fremstilling af granulater med snæver kornstørrelsesfordeling består i det væsentlige af en hvirvellagsgranulator,

- der indeholder indretninger til indsprøjtning af det i sprøjtelig form tilførte produkt,
- endvidere indeholder et system, der er egnet til tilbageføring af de andele af fint materiale, der undviger fra hvirvellaget,
- og ved hvis tilstrømningsbund der er anbragt en eller flere modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordninger.

Fremgangsmåden og apparatet udmerker sig ved, at granulatdannelsesprocessen i et vækspil mellem granulatvækst og kindannelse af sig selv indstiller sig på den ønskede granulatstørrelse, som bestemmes af sorteringsgastilførslen.

DK 159478 B

0

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde og et apparat til fremstilling af granulater. Opfindelsen angår endvidere også granulater, der fremstilles ved hjælp af fremgangsmåden.

5

Der kendes allerede talrige fremgangsmåder til fremstilling af kornformigt materiale ved hvirvellagsgranulering, jf. Chem. Ing. Tech. 45, 736-739 (1973), DE offentliggørelsesskrift nr. 2.231.445 og 2.555.917 og EP offentliggørelsesskrift nr. O.087.039. Ved disse beskrevne fremgangsmåder, der gennemføres kontinuerligt, fås det anvendelsesfærdige granulat i ét trin uden særskilt eftertørring. I det væsentlige kan der i denne sammenhæng skelnes mellem tre forskellige metoder, der imidlertid alle er baseret på den samme granulatdannelsesproces. I alle tilfælde sprøjtes produktet, der skal granuleres, således med en sprøjtelig konsistens, altså i form af en smelte, en suspension eller også en opløsning, ind i et hvirvellag. Det indsprøjtede produkt befugter først overfladen af de faste partikler, der befinder sig i hvirvellaget, og bliver derefter fast ved tør-  
ring eller afkøling. På denne måde vokser partiklerne skal-  
agtigt, og de bliver større, jo længere de opholder sig i hvirvellaget. Derfor afhænger granulatstørrelsen i afgørende grad af lagindholdet.

25

Væksten af partiklerne begynder i hvirvellaget med kim, der enten dannes i hvirvellaget af sprøjtedråber, der ikke rammer noget og bliver faste, eller ved slid af allerede tilstedeværende faste partikler eller tilføres til hvirvellaget udefra. Den (interne) kimdannelse, der sker i hvirvellaget, påvirkes af hvirvellagets indhold på den måde, at der med voksende lagindhold på den ene side sker et fald i antallet af sprøjtedråber, der ikke rammer noget, og på den anden side sker en stigning i antallet af kim, der fremkommer ved slid.

35

Den til produktion af granulater med en forudbestemt kornstørrelse nødvendige proces er ved hvirvellagsgranule-

0 ring et samspil mellem udbuddet af kim og granulatvækst. Granuleringsprocessen kan derfor påvirkes på mange forskellige måder. Således kan f.eks. udbuddet af kim suppleres ved tilførsel af kim udefra.

5 Der foreligger uforanderlige granuleringsbetingelser, når lagindholdet holdes konstant. I stationær tilstand skal massen af fast stof, der føres til hvirvellaget, svare til massen af færdigt granulat, der udtages fra laget. Foruden denne massebalance skal partikelbalancen også være ud-  
10 lignet. Granulat-kornene, der udtages fra hvirvellaget, skal altså antalsmæssigt erstattes med nye kim. Ved de kendte metoder fremtvinges en konstant granulatdannelsesproces. Metoderne adskiller sig ved den måde, hvorpå denne konstans opnås.

15 Ved fremgangsmåderne, der er beskrevet i DE offentliggørelsesskrift nr. 2.231.445 og i EP offentliggørelsesskrift nr. 0.087.039, anvendes der kun internt dannede kim. Styringen af det tilhørende ringe hvirvellagsindhold aktiverer efter et princip med fyldningsregulering et udlednings-  
20 organ og sørger dermed for tilpasningen af granulatudtagelsen til produkttilførslen. Granulatet, der kommer ud fra granulatoren, sorteres, og det derved fremkomne fine materiale føres tilbage til granulatoren. Da fyldningsreguleringen imidlertid ved forskellige gennemgangsmængder gennem  
25 de efter hinanden opstillede apparatdele, som er sorteringsstrækning og udledningsorgan, kommer ud af trit, kan der her ved kun anvendes en sorteringsstrækning, hvis gennemgang af korn med ønsket størrelse tilpasser sig til den nødvendige gennemgangsmængde gennem udledningsorganet uden hensyntagen  
30 til adskillelsesskarphe den. I overensstemmelse hermed anvendes der ved de i DE offentliggørelsesskrift nr. 2.231.445 og EP offentliggørelsesskrift nr. 0.087.039 beskrevne metoder i begge tilfælde et andet hvirvellag som sorteringsstrækning. Sidstnævnte klassificerer imidlertid kun granulatene meget  
35 uskarpt. Derfor er denne fremgangsmåde uegnet til at frem-

0

stille granulater med en snæver kornstørrelsesfordeling.

Den i DE offentliggørelsesskrift nr. 2.263.968 beskrevne granuleringsmetode er i princippet identisk med den ovenfor beskrevne metode. Dog foreslås der her som  
5 sorteringsstrækning en skarpt adskillende sigte i stedet for et andet hvirvellag. Den nødvendige synkronisering af gennemgangsmængderne gennem sorteringsstrækningen og udledningsorganet opnås ved, at en del af kornene med ønsket størrelse ikke udtages, men formales og derefter  
10 føres tilbage til hvirvellaget. Dette yderligere udbud af kim må kompenseres ved reduktion af kimdannelsen i hvirvellaget. Reduktionen af kimdannelsen i hvirvellaget opnås ved, at granulatoren drives med et højt lagindhold. En forudsætning for denne driftsmåde er imidlertid et slidfast granulat. Denne metode giver altså granulater med snæver kornstørrelsesfordeling. En ulempe er imidlertid, at et forholdsvis højt apparativt opbud er nødvendigt. Desuden kan produkter, der er opløsningsmiddelfugtige eller udviser risiko for støvekspllosion, ikke granuleres ved denne  
15 metode, fordi de ud over hvirvellagsgranulatoren nødvendige apparater ikke kan installeres således, at de hverken er gjort indifferente eller eksplosionstrykfaste.

Ved det i DE offentliggørelsesskrift nr. 2.555.917 beskrevne, tredje alternativ til fremstilling af granulater ved hvirvellags-sprøjte-metoden anvendes der som udfø-  
25 ringsorgan en modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordning. Dette organ forener funktionerne af sorteringsstrækning og udledningsorgan i sig.

Med denne anordning udtages der kun det granulat fra  
30 hvirvellaget, der har nået den ønskede kornstørrelse. Alle variationer i antallet af udledte granulat-korn indvirker umiddelbart på lagindholdet. Hvis f.eks. lagindholdet stiger, er de producerede granulat-korn for små. Væksten af granulatet må følgelig begunstiges, og kimtilførslen, der her  
35 sker udefra, må nedsættes. For at kimene, der står til rå-

0 dighed for granuleringsprocessen, kan påvirkes virksomt  
ved regulering, skal den interne kimdannelse minimeres,  
hvilket kan opnås ved granulering med højt lagindhold ved  
slidfast granulat. Endelig giver denne kendte metode gra-  
5 nulater med en snæver kornstørrelsesfordeling. Det er imid-  
lertid en ulempe, at den kræver en kompliceret reguleret  
kimtilførsel udefra. Endvidere er en omstilling af proces-  
sen fra en bestemt gennemsnitlig kornstørrelse til en an-  
den gennemsnitlig kornstørrelse forbundet med omfangsrige  
10 eksperimentelle forarbejder til bestemmelse af de nøjag-  
tige indstillingsparametre. Dette gælder på samme måde for  
de andre ovenfor beskrevne fremgangsmåder.

Der er nu tilvejebragt en ny fremgangsmåde til kon-  
tinuerlig fremstilling af granulater med snæver kornstør-  
15 relsesfordeling, og denne fremgangsmåde består i, at man

a) indsprøjter produktet, der skal granuleres, i  
flydende form i et hvirvellag.

b) fraskiller de med afgangsgassen fra hvirvellaget  
udvigende andele af fint materiale og fører dem tilbage til  
20 hvirvellaget som kim for granulatdannelsen,

c) alene ved indstilling af sorteringsgasstrømmen  
påvirker granuleringsprocessen i hvirvellaget således, at  
granulaterne dannes med den af sorteringsgasstrømmen givne  
størrelse,

25 d) udtager det færdige granulat alene via en eller  
flere modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordninger, der er  
indsat i hvirvellagsapparatets tilstrømningsbund, og

e) eventuelt underkaster de således fremstillede gra-  
nulatere en termisk efterbehandling.

30 Der er endvidere tilvejebragt et nyt apparat til kon-  
tinuerlig fremstilling af granulater med snæver kornstørrel-  
sesfordeling. Apparatet består i det væsentlige af en hvir-  
vellagsgranulator,

- som indeholder anordninger til indsprøjtning af det  
35 i en sprøjtelig form tilførte produkt,

0

- som endvidere indeholder et system, der er egnet til tilbageføring af de fra hvirvellaget undvigende andele af fint materiale, og
- ved hvis tilstrømningsbund der umiddelbart er anbragt en eller flere modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordninger.

5

Der er endelig tilvejebragt nye, ved den her omhandlede fremgangsmåde fremstillede granulater, der

10

- indeholder 1-100 vægt-% af mindst én aktiv komponent, 0-99 vægt-% indifferent fyldmateriale og 0-40 vægt-% dispergerings- og/eller bindemiddel samt eventuelt tilsætningsstoffer,

15

- udviser en gennemsnitlig kornstørrelse på 0,1-3 mm,
- udviser en snæver kornstørrelsesfordeling, idet den største og den mindste partikeldiameter afviger maksimalt en halv gennemsnitlig kornstørrelse fra gennemsnitsværdien,

20

- er formet ensartet og opbygget homogent og udviser en kompakt mikroporøs struktur, og
- er spontant dispergerbare eller opløselige i vand eller andre opløsningsmidler.

25

Den her omhandlede fremgangsmåde adskiller sig fra alle tilsvarende kendte fremgangsmåder ved, at granulatdannelsesprocessen i et vekselspil mellem granulatvækst og kimdannelse af sig selv indstilles på den af sorteringsgastilførslen givne størrelse af det udledte granulat.

30

Den her omhandlede fremgangsmåde udmærker sig ved en række fordele i forhold til de analoge kendte metoder. Der kan således fremstilles granulater med den i hvert enkelt tilfælde ønskede partikelstørrelse, hvorved partikeldiameteren (kornspektret) ligger inden for meget snævre grænser. Endvidere kan størrelsen af partiklerne ved hjælp af sorteringsgastilførslen varieres på enkel måde fra tilfælde til tilfælde. Apparative ændringer er derved ikke nødvendige. Der kan derimod endog under løbende drift opnås en ændring af

35

0 partikelstørrelsen.

Det er en særlig fordel, at der kun dannes granulat med den ønskede størrelse. Der optræder ikke materialetab, da korn med understørrelse forbliver i hvirvellaget, ind-  
5 til de har nået den ønskede størrelse. Korn med overstørrelse dannes ligeledes ikke, da partiklerne ved stadig sortering fjernes fra hvirvellaget. Formalingsprocesser og sigteprocesser bortfalder derfor fuldstændigt. Også tilsætning af fremmede kim til påvirkning af processen er  
10 unødvendigt. Det er også gunstigt, at de flydende produkter, der skal sprøjtes ind i hvirvellaget ved den her omhandlede fremgangsmåde, kan udvise et særdeles højt indhold af fast stof. De dannede granulatkorn er ensartet formede, homogent opbyggede og kan trods høj styrke dispergeres eller opløses spontant i vand eller andre opløsningsmid-  
15 lers. Da processen stiller ringe krav til granulatets slidfasthed, kan der også fremstilles granulater med ringe bindemiddelinhold, hvilket begunstiger deres dispergeringsopførsel. Endelig kan der ved den her omhandlede fremgangs-  
20 måde også forarbejdes opløsningsmiddelfugtige eller støv-eksplosionsfarlige produkter, fordi det nødvendige apparat kan udføres således, at det er gjort indifferent og eksplosionstrykfast.

Ved den her omhandlede fremgangsmåde indsprøjtes pro-  
25 duktet, der skal granuleres, i flydende form i et hvirvellag. Derved kan væsken være en smelte, en opløsning eller en suspension (opslætning).

Væsken, der skal indsprøjtes, kan indeholde en eller flere aktive komponenter. På tale som aktive komponenter  
30 kommer både stoffer, der er faste ved stuetemperatur, og sådanne, der er flydende ved stuetemperatur. En forudsætning for anvendelsen af flydende aktive komponenter er kun, at de før granuleringen påføres på faste bærestoffer. De aktive komponenter kan være opløselige eller uopløselige i  
35 vand. De skal være så stabile mod hydrolyse, at de under

0

gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmåde og under anvendelsen af det fremstillede granulat i nærværelse af vand ikke undergår nogen nævneværdig sønderdeling.

I betragtning som aktive komponenter kommer agrokemiske virksomme stoffer, virksomme stoffer til bekæmpelse af skadelige organismer inden for husholdnings- og hygiejneområdet, farmakologisk virksomme stoffer, næringsstoffer, sødestoffer, farvestoffer og organiske eller uorganiske kemikalier.

Ved agrokemiske stoffer skal der i det foreliggende tilfælde forstås de til plantebeskyttelse gængst anvendelige virksomme stoffer. Hertil hører fortrinsvis insecticider, acaricider, nematodicider, fungicider, herbicider, vækstregulerende midler og gødningsstoffer. Som eksempler på sådanne virksomme stoffer kan der i enkeltheder nævnes:

15 O,O-diethyl-O-(4-nitro-phenyl)-thiono-phosphorsyre-ester, O,O-dimethyl-O-(4-nitro-phenyl)-thiono-phosphorsyreester, O-ethyl-O-(4-methylthio)-phenyl)-S-propyldithiophosphat, (O,O-diethylthionophosphoryl)- $\alpha$ -oxomino-phenyl-eddikesyrenitril, 2-isopropoxy-phenyl-N-methyl-carbammat, 20 propionsyre-3,4-dichloranilid, 3-(3,4-dichlorphenyl)-1,1-dimethyl-urinstof, 3-(4-chlorphenyl)-1,1-dimethyl-urinstof, N-(2-benzthiazolyl)-N,N'-dimethyl-urinstof, 3-(3-chlor-4-methylphenyl)-1,1-dimethylurinstof, 3-(4-isopropylphenyl)-1,1-dimethylurinstof, 4-amino-6-(1,1-dimethyl-ethyl)-3-methylthio-1,2,4-triazin-5(4H)-on, 4-amino-6-(1,1-dimethyl-ethyl)-3-ethylthio-1,2,4-5(4H)-on, 1-amino-6-ethylthio-3-(2,2-dimethylpropyl)-1,3,5-triazin-2,4-(1H,3H)-dion, 4-amino-3-methyl-6-phenyl-1,2,4-triazin-5(4H)-on, 2-chlor-4-ethylamino-6-isopropyl-amino-1,3,5-triazin, R-enantiomeren af 2-[4-(3,5-dichlor-pyridyl-2-oxy)-phenoxy]-propionsyre-(trimethylsilyl)-methylester, R-enantiomeren af 2-[4-(3,5-dichlorpyridyl-2-oxy)-phenoxy]-propionsyre-(2-benzyloxy)-ethylester, 2,4-dichlorphenoxyeddikesyre, 2-(2,4-dichlorphenoxy)-propionsyre, 4-chlor-2-methyl-phenoxy-eddikesyre, 2-(2-methyl-3-chlor-phenoxy)-propionsyre, 35

0

3,5-diiod-4-hydroxy-benzonitril, 3,5-dibrom-4-hydroxy-benzonitril samt diphenylether og phenylpyridaziner, f.eks. pyridater, endvidere 2,3-dihydro-2,2-dimethyl-7-benzofuran-yl-methylcarbammat, 3,5-dimethyl-4-methyl-thiophenyl-N-methiocarbamat, 5 O,O-diethyl-O-(3-chlor-4-methyl-7-cumarinyl)-thiophosphat, N,N-dimethyl-N'-(fluordichlormethylmercapto)-N'-(4-methylphenyl)-sulfamid, 1-(4-chlorphenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)-butan-2-on, 1-(4-chlorphenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)-butan-2-ol, 10 1-cyclohexyl-4,4-dimethyl-3-hydroxy-2-(1,2,4-triazol-1-yl)-pent-1-en, 2-(2-furyl)-benzimidazol, 5-amino-1-bis-(dimethylamido)-phosphoryl-3-phenyl-1,2,4-triazol, 4-hydroxy-3-(1,2,3,4-tetrahydro-1-naphthyl)-cumarin, S-[1,2-bis-(ethoxycarbonyl)-ethyl]-O,O-dimethyl-dithiophosphorsyreester, 15 O,O-dimethyl-O-(4-methylmercapto-3-methyl-phenyl)-thionophosphorsyreester, O-ethyl-O-(2-isopropoxyloxy-carbonyl-phenyl)-N-isopropylthionophosphorsyreester-amid og (S)- $\alpha$ -cyano-3-phenoxybenzyl (1R)-cis-3-(2,2-dibromvinyl)-2,2-dimethylcyclopropancarboxylat.

20

Ved virksomme stoffer til bekæmpelse af skadelige organismer inden for husholdnings- og hygiejneområdet skal der i det foreliggende tilfælde forstås stoffer, der er gængst anvendelige til sådanne formål. Som eksempler kan der nævnes:

25

2-isopropoxy-phenyl-N-methylcarbammat, O,O-diethyl-O-(4-nitro-phenyl)-thionophosphorsyreester, O,O-dimethyl-O-(4-nitro-phenyl)-thionophosphorsyreester, S-[1,2-bis-(ethoxycarbonyl)-ethyl]-O,O-dimethyl-dithiophosphorsyreester, O,O-dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrophenyl)-thionophosphorsyreester, 30 O,O-dimethyl-O-(4-methylmercapto-3-methyl-phenyl)-thionophosphorsyreester, (cyclohex-1-en-1,2-dicarboximidomethyl)-2,2-dimethyl-3-(2-methylpropenyl)-cyclopropancarboxylat.

35

Ved farmakologisk virksomme stoffer skal der i det foreliggende tilfælde forstås både stoffer, der er anven-

0

delige inden for det veterinærmedicinske og inden for det humanmedicinske område. Som eksempel på et veterinærmedicinsk anvendeligt stof skal der nævnes 2,2-dimethyl-3-[ $\beta$ -(p-chlorphenyl)- $\beta$ -chlorvinyl]-cyclopropan-carboxylsyre- $\alpha$ -  
5 -cyano-3-phenoxy-4-fluor-benzylester. Som eksempel på et inden for det humanmedicinske område anvendeligt stof skal der nævnes acetylsalicylsyre.

Som næringsstoffer kan der både anvendes stoffer til menneskelig og dyrisk ernæring. Som eksempler kan der  
10 nævnes citronsyre, vitaminer, kaffepulver, tepulver og kakaopulver.

Som eksempler på sødestoffer kan der nævnes natrium-cyclamat og saccharin.

Ved farvestoffer skal der i det foreliggende tilfælde forstås stoffer, der er egnet til fremstilling af farvestofdispersioner eller farvestofopløsninger og kan finde  
15 anvendelse som farvemidler og/eller påstrykningsmaterialer. Der kan således anvendes vandopløselige farvestoffer, såsom anioniske, kationiske og reaktive farvestoffer, eller  
20 vanduopløselige farvestoffer, såsom kypefarvestoffer, polyesterfarvestoffer og pigmentfarvestoffer. Som eksempler kan der nævnes:

Indanthrenfarvestoffer, cerofixfarvestoffer, astra-  
zonfarvestoffer, triarylaminfarvestoffer, triarylmethanfar-  
25 vestoffer, methinfarvestoffer, anthraquinonfarvestoffer, indigofarvestoffer, svovlfarvestoffer, azofarvestoffer og pigmentfarvestoffer.

På tale som organiske eller uorganiske kemikalier kommer sådanne stoffer, der fortrinsvis anvendes i form af  
30 vandige dispersioner til synteseformål. Endvidere kan der også anvendes vandige zeolitsuspensioner. Ved zeoliter skal der herved forstås stoffer af den type, der er beskrevet i Ullmann, 4. opl., bind 17, side 9 ff. under stikordet "Molekularsiebe". Anvendelige er desuden også suspensioner af  
35 uorganiske oxider, der er egnet til fremstilling af kataly-

.0

satorer eller katalysatorbærere. Der kan her f.eks. nævnes aluminiumoxid og siliciumdioxid.

5 Det flydende produkt, der ved gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmåde skal indsprøjtes i hvirvellaget, kan foruden de aktive komponenter og det eventuelt tilstedeværende flydende fortyndingsmiddel også indeholde indifferente fyldmaterialer, dispergeringsmidler, bindemidler og/eller tilsætningsstoffer, f.eks. konserveringsmidler og farvestoffer.

10 I betragtning som fyldmaterialer kommer alle fyld- og bærestoffer, der gængst anvendelige i vanddispergerbare eller vandopløselige granuler eller olieopløselige granuler. Fortrinsvis anvendelige stoffer af denne art er uorganiske salte, såsom alkalimetall-, magnesium- og ammoniumchlorider og -sulfater, f.eks. magnesiumsulfat, kalium-  
15 sulfat, natriumsulfat, kaliumchlorid, ammoniumsulfat, lithiumsulfat og ammoniumchlorid, endvidere oxider, såsom magnesiumoxid, nitrater, carbonater, hydrogencarbonater, silicater, talkum, kridt, kvartsmel, kaolin, montmorillonit, bentonit, attapulgit, og sepiolith, desuden grafit og endvidere urinstof og urinstofderivater, såsom hexamethylen-  
20 tetramin, og casein, endvidere kulhydrater, såsom stivelse, sukker, alginater og derivater deraf, kørnmel, såsom hvedemel og rismel, desuden kelzaner, methylcellulose og hydroxypropyl-methylcellulose og endelig vandopløselige polymere,  
25 såsom polyvinylalkohol og polyvinylpyrrolidon.

På tale som dispergeringsmidler kommer fortrinsvis kondensationsprodukter af aromatiske sulfonsyrer og formaldehyd, såsom kondensationsprodukter af sulfoneret ditolylo-  
30 ether og formaldehyd, endvidere ligninsulfonsyresalte, såsom lithium-, natrium-, kalium-, magnesium-, calcium- og ammoniumsalte af ligninsulfonsyre, endvidere methylcellulose, polyoxyethylen-fedtsyreestere, polyoxyethylen-fedtalkoholethere, f.eks. alkylarylpolyglycolethere, alkylsulfonater  
35 og æggehvidehydrolysater.

0

Også dispergeringsmidler i sig selv kan ud fra deres opløsninger forarbejdes til granulater, der kan genopløses hurtigt.

5 Endvidere kan opslæmninger af anionaktive vaskemidler, eventuelt i nærværelse af tilsætninger af ikke-ioniske tensider, buildere, optisk lysnende midler, blødgøringsmidler og/eller duftstoffer, forarbejdes.

10 I betragtning som bindemidler kommer alle bindemidler (klæbere), der sædvanligvis er til stede i vanddispergerbare eller vandopløselige granulater eller i oliedispergerbare og olieopløselige granulater. Fortrinsvis anvendelige er opløsninger, emulsioner eller latexer af naturlige eller syntetiske stoffer, såsom methylcellulose, dekstrin, sukkerarter, stivelse, alginater, glycoler, polyvinylpyrrolidon, ligninsulfonat, gummi arabicum, polyvinylalkohol og polyvinylacetat, i vand eller lavtkogende organiske opløsningsmidler, såsom methanol, ethanol, butanol og methylenchlorid. I mange tilfælde kommer også vandglas og kisel sol på tale.

20

Eksempler på konserveringsmidler, der ved gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmåde kan være indeholdt i de flydende produkter, der skal udsprøjtes, er 2-hydroxy-biphenyl, sorbinsyre, p-hydroxybenzaldehyd, p-hydroxybenzoesyremethylester, benzaldehyd, benzoesyre og p-hydroxybenzoesyre-propylester.

25

Som farvestoffer, der også kommer på tale som tilsætningsstoffer, kan der nævnes uorganiske pigmenter, såsom jernoxid, titanoxid og ferrocyanblåt, og organiske farvestoffer, såsom alizarin-, azo- og metalphthalocyanin-

30

Når der ved gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmåde anvendes aktive komponenter og bindemidler, der foreligger som faste stoffer ved stuetemperatur, er det nødvendigt at indføre disse aktive komponenter eller bindemidler i hvirvellaget i form af en smelte, en opløsning eller en suspension. I betragtning til fremstilling af opløsninger el-

35

0 ler suspensioner af sådanne aktive komponenter eller binde-  
midler kommer alle gængse indifferente organiske opløsnings-  
midler samt vand. Fortrinsvis anvendelige som organiske op-  
løsningsmidler er herved alkoholer, såsom ethanol og glycol,  
5 endvidere aliphatiske og aromatiske, eventuelt halogenerede  
carbonhydrider, såsom ligroin, hexan, benzin, benzen, toluen,  
xylen, methylenchlorid, carbontetrachlorid og chlorbenzen,  
desuden ethere, såsom dioxan, tetrahydrofuran og anisol, end-  
videre ketoner, såsom acetone, methylethylketon og cyclo-  
10 hexanon, derudover stærkt polære opløsningsmidler, såsom he-  
xamethylphosphorsyretriamid, acetonitril, dimethylformamid  
og dimethylsulfoxid. Særligt foretrukket er anvendelsen af  
vand.

I de flydende produkter, der ved gennemførelsen af den  
15 her omhandlede fremgangsmåde indsprøjtes i hvirvellaget, kan  
indholdet af fast stof varieres inden for et større område.  
I almindelighed ligger indholdet af fast stof ved anvendelse  
af suspensioner (opslæmninger) mellem 5 og 75 vægt-%, for-  
trinsvis mellem 10 og 65 vægt-%.

20 De flydende produkter, der skal udsprøjtes, fremstil-  
les ved gængse metoder ved blanding af bestanddelene i de  
ønskede mængdeforhold og eventuelt påfølgende opvarmning af  
de fremkomne blandinger.

Granuleringen kan gennemføres i luft eller indiffe-  
25 rente gasser, f.eks. nitrogen. Ifølge den her omhandlede  
fremgangsmåde kan granuleringen startes i et hvirvellags-  
apparat, hvori der allerede findes startgranulat. Det er  
dog også muligt at starte granuleringen i et tomt appara-  
tur. I dette tilfælde begynder den her omhandlede hvirvel-  
30 lagsgranulering som forstøvningstørring. Den fører derefter  
ved gradvis opbygning af hvirvellaget til en lagfyld-  
ning, ved hvilken granulat-kornene når den ønskede størrel-  
se og kan udledes. Hvis der anvendes et produkt, der er  
tilbøjeligt til at danne en belægning på væggene i appara-  
35 turet, gås der ved processens start hensigtsmæssigt ud fra

0

et startgranulat. Ved hjælp af denne foranstaltning undgås en mulig påsprøjtning af væggene i vidt omfang.

Det flydende produkt, der skal granuleres, bliver ved gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmåde indført i hvirvellaget gennem forstøvningsdyser. Særlig fordelagtig er derved anvendelsen af tostof-dyser.

Som forstøvningsgas kan der anvendes enhver gas, der er indifferent under arbejdsbetingelserne. Fortrinsvis anvendeligt er luft eller indifferente gasser, f.eks. nitrogen. Mængden af forstøvningsgas kan varieres inden for et større område, og den retter sig i almindelighed efter apparatdimensionerne og efter arten og mængden af produktet, der skal indsprøjtes. I almindelighed arbejdes der med forstøvningsgasmængder, henført til det anvendte produkt, på 0,1 til 10 kg gas pr. kg fødemateriale, fortrinsvis 0,5 til 5 kg gas pr. kg fødemateriale. Forstøvningsgasstrømmens temperatur kan ligeledes varieres inden for et større område. I almindelighed arbejdes der ved forstøvningsgastemperaturer mellem 0 og 250°C, fortrinsvis mellem 20 og 200°C.

De med afgangsgassen fra hvirvellaget undvigende andele af fint materiale fraskilles og føres tilbage til hvirvellaget som kim for granulatdannelsen. Derved er både en intern og en ekstern tilbageføring af fint materiale mulig. Ved den interne tilbageføring af fint materiale fraskilles støvet på et filter, der er opsat umiddelbart på hvirvellaget, og befordres tilbage til hvirvellaget ved hjælp af afrensningsimpulser. Ved den eksterne tilbageføring af fint materiale skilles støvet fra afgangsgassen uden for granulatoren. Til fraskillelse af de undvigende andele af fint materiale kan der anvendes alle apparater, der er gængst anvendte til sådanne formål. I en særlig foretrukken udførelsesform sker fraskillelsen af det fine materiale ved hjælp af en cyclon eller et støvfilter. Det fraskilte fine materiale transporteres tilbage til hvirvellagets sprøjtezone. Denne tilbagetransport sker fortrinsvis pneumatisk. Som driv-

35

0 gasser kan der derved anvendes alle gængse, under arbejds-  
betingelserne indifferente gasser. Fortrinsvis anvendelige  
er luft og indifferente gasser, f.eks. nitrogen. Mængden af  
drivgas kan varieres inden for et større område og retter  
5 sig i almindelighed efter apparatdimensionerne og den undvi-  
gende mængde fint materiale. I almindelighed arbejdes der  
med drivgasmængder på 0,01 til 2 kg gas pr. kg fint mate-  
riale, fortrinsvis 0,1 til 1 kg gas pr. kg fint materiale.  
Temperaturen af drivgasstrømmen kan ligeledes varieres in-  
10 den for et større område. I almindelighed arbejdes der ved  
temperaturer mellem 20 og 350°C, fortrinsvis mellem 30 og  
300°C.

Granuleringsprocessen i hvirvellaget opretholdes ved  
den her omhandlede fremgangsmåde alene af den indsprøjtede  
15 dosis af det flydende produkt, der skal granuleres, og styr-  
ken af sorteringsgasstrømmen. Der tilføres ikke yderligere  
kim udefra. Som sorteringsgasser kan der derved anvendes al-  
le gængse, under arbejdsbetingelserne indifferente gasser.  
Fortrinsvis anvendelige er luft og indifferente gasser, f.eks.  
20 nitrogen. Sorteringsgasmængden kan varieres inden for et stør-  
re område og retter sig efter apparatdimensionerne og korn-  
størrelsen og massestrømmen af granulatet, der skal udledes.  
I almindelighed arbejdes der med sorteringsgasmængder mel-  
lem 0,2 og 5 kg gas pr. kg granulat, fortrinsvis mellem 0,4  
25 og 2 kg gas pr. kg granulat. Temperaturen af sorteringsgas-  
strømmen kan ligeledes varieres inden for et større område.  
I almindelighed arbejdes der ved sorteringsgastemperaturer  
mellem 20 og 350°C, fortrinsvis mellem 30 og 300°C.

Sorteringsgashastigheden retter sig efter kornstørrel-  
30 sen og vægtfylden af granulatet, der skal udledes. I almin-  
delighed arbejdes der ved sorteringsgashastigheder mellem 0,5  
og 15 m/sek., fortrinsvis mellem 1 og 5 m/sek.

Ved gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmå-  
de udledes det færdige granulat via en eller flere modstrøms-  
35 -tyngdekraft-sorteringsanordninger. I betragtning som sådan-

0 ne udledningsorganer kommer alle gængse sorteringsanord-  
ninger, der arbejder efter modstrøms-tyngdekraft-sorte-  
rings-princippet. Når der ønskes en særlig snæver kornstør-  
relsesfordeling, anvendes der som speciel udførelsesform en  
5 siksak-sorteringsanordning. For af energimæssige grunde at  
holde sorteringsgasmængden så lille som muligt, anvendes  
der ved gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmåde  
fortrinsvis en sorteringsanordning med siksakprofil (sik-  
sak-sorteringsanordning), ved hvilken spaltelængden og der-  
10 med sorteringsanordningens tværsnit kan indstilles ved hjælp  
af kamagtigt med hinanden forbundne, efter siksakprofilen  
tilpassede og vinkelret på sorteringsanordningens akse for-  
skydelige mellemstykker. I en foretrukken udførelse fore-  
findes der en indstillingsanordning for mellemstykkerne, der  
15 er forbundet med en reguleringsanordning, som regulerer sor-  
teringsgasstrømmen på den måde, at strømningshastigheden i  
sorteringsanordningen forbliver konstant trods det forander-  
lige tværsnit.

Den her omhandlede fremgangsmåde gennemføres i almin-  
20 delighed under atmosfæretryk. Det er imidlertid også muligt  
at arbejde under forhøjet eller formindsket tryk. Ved ud-  
gangen af modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordningen arbej-  
des der i almindelighed under atmosfæretryk. For at opnå det-  
te er der mellem afgangsluftventilatoren og sorteringsanord-  
25 ningens udgang indskudt en trykregulator, der indstilles ef-  
ter afgangsluftventilatoren eller en drosselklap eller en  
analog anordning, og som til stadighed tilpasser trykket ved  
sorteringsanordningens udgang til omgivelsestrykket. Hvis  
der ikke er atmosfæretryk ved sorteringsanordningens udgang,  
30 er det nødvendigt at indbygge sluser til opretholdelse af  
det ønskede tryk.

Den vedføjede tegning tjener til at anskueliggøre for-  
løbet af den her omhandlede fremgangsmåde og det dertil nød-  
vendige apparat. På tegningen viser  
35 fig. 1 et diagram til forklaring af vekselspillet mel-

0

lem granulativækst og kimdannelse uden hensyntagen til slid,  
fig. 2 et diagram til forklaring af vekselspillet  
mellem granulativækst og kimdannelse under hensyntagen til  
slid,

5

fig. 3 en skematisk afbildning af det samlede apparat ifølge opfindelsen i udførelsen med intern tilbageføring af fint materiale,

10

fig. 4 en perspektivisk afbildning af den siksak-sorteringsanordning, der befinder sig ved udløbet fra hvirvellagsapparatet,

fig. 5 et tværsnit gennem siksak-sorteringsanordningen,

fig. 6 indstillingsanordningen i siksak-sorteringsanordningen til indstilling af udløbstværsnittet,

15

fig. 7 den ved sorteringsanordningens udgang opnåede kornstørrelsesfordeling bestemt på de granulater, hvis fremstilling er beskrevet i eksempel 1-3,

fig. 8 et tværsnit gennem en tostofdyse, der kan udskiftes under driften, og

20

fig. 9 endnu en udførelsesform for apparatet ifølge opfindelsen.

Den i fig. 1 viste sammenhæng mellem størrelse og antal af granulartpartikler og hvirvellagets indhold svarer til de forhold, der må forventes ved fremstilling af et  
fuldstændig slidfast produkt.

25

De af dysen frembragte smådråber rammer delvis de i hvirvellaget cirkulerende partikler og fører dermed til vækst af disse. Smådråberne, der ikke rammer noget, bliver faste. De størkner, når der er tale om en smelte, tørrer, når der er tale om en suspension, og krystalliserer til små partikler, når det er en opløsning, der indsprøjtes. De skilles fra afgangsgassen og føres tilbage til hvirvellagets forstøvningssone. Dermed bliver de til nye kim, som yderligere partikler kan lejre sig på. Med voksende lagindhold  
(starten svarer til forstøvningstørring) begunstiges væk-

35

0

sten af partiklerne på bekostning af kimdannelsen. Størrelsen af det udledte granulat afhænger i stationær tilstand umiddelbart af antallet af dannede kim, fordi der skal udledes lige så mange færdige granulat-korn, som der dannes

5 kim. Den tilførte tørmasse må fordele sig på antallet af færdige granulat-korn. Dermed er størrelsen af granulat-kornene givet, idet der her for enkeltheds skyld ved størrelsen af granulat-kornene skal forstås massen af et granulat-korn.

10

Med et højt kimantal og tilsvarende ringe lagindhold kan der derfor fremstilles mange små granulat-korn - som vist foroven i fig. 1 - medens der ved højt lagindhold under i øvrigt de samme betingelser dannes få og store granulat-korn. Hvis den ønskede størrelse af de færdige granulat-korn fastlægges ved indstilling af det sorterende udløb,

15 hører der dertil via de nævnte sammenhænge - som indtegnet i fig. 1 - i stationær tilstand et lagindhold, der netop giver det tilhørende kimantal. Dette lagindhold indstiller sig af sig selv uden ydre indgreb.

20

Ved denne betragtningsmåde er en yderligere effekt, som bidrager til kimdannelsen, nemlig sliddet, bevidst udeladt. Sliddet, der er stærkt produktafhængigt, bevirker, at forholdene bliver noget mere indviklede.

25

I modsætning til de hidtil betragtede primærkim tillægger de ved slid dannede sekundærkim med voksende lagindhold, som det ses forneden i fig. 2. Primær- og sekundærkim giver tilsammen de i alt til rådighed stående kim. Der ved gennemløber det samlede antal kim et minimum. Dette betyder omvendt, at en maksimal granulatstørrelse ikke kan

30 overskrides. Desuden hører der to forskellige lagindhold til en granulatstørrelse. Det er nærliggende, at undersøge de to driftspunkters stabilitet.

35

En tilstand er som bekendt kun stabil, når reaktionerne på forstyrrelser virker i retning af at ophæve for-

0

styrrelserne. Forstyrrelsen kan f.eks. være en forøgelse af lagindholdet i det venstre driftspunkt. Reaktionen på denne forstyrrelse består i en forstørrelse af granulatkornene og, ved det sorterende udløb, i en forstærket granulatudledning. Lagindholdet bliver altså igen mindre. Den samme ophævende reaktion indtræder, når der foreligger en forstyrrelse i den anden retning. Driftspunktet er altså stabilt.

I højre driftspunkt falder undersøgelsen anderledes ud. Her medfører et større lagindhold et mindre granulat. Det sorterende udløb lader en mindre mængde granulat komme ud. Lagindholdet vokser, og dermed bevæger anlæggets samlede tilstand sig væk fra driftspunktet. Man kommer til det samme resultat, når man antager en forstyrrelse i den anden retning. Driftspunktet er altså ikke stabilt.

Kurvens maksimum bestemmer dermed arbejdsområdet for den selvregulerende proces. Granuleringsprocessen er kun stabil på den venstre side og kan derfor også kun anvendes dér.

Om og hvor der dannes et maksimum, afhænger af kimdannelsesmekanismen, der i første række påvirkes af produktet. Væsentlige produkttegenskaber ved primærkimdannelsen er viskositet og overfladespænding af fødematerialet. Antallet af primærkim kan påvirkes af forstøvningens finhed. Desuden spiller partikelstørkningshastigheden, der påvirkes af fluidiseringsgastemperaturen, en rolle.

For sekundærkimene er bindevirkningen af det vedhæftende faste stof væsentlig. Endvidere er partikelstørrelse, tilstrømningshastighed og opholdstid i laget af betydning.

Den her omhandlede fremgangsmåde kan gennemføres i et hvirvellagsapparat som vist skematisk i fig. 3 i versionen med intern tilbageføring af fint materiale. Det består af en lodret opstillet beholder 1 med en perforeret tilstrømningsbund 2 ved den nedre ende og et påsat afgangsgasfilter 3 ved den øvre ende. Den opståede afgangsgas frasu-

0

ges af en ventilator 4. Gennem den perforerede tilstrømningsbund 2 indblæses gas, således at der ovenover i granuleringsbeholderen 1 dannes et hvirvellag.

5 Fortrinsvis anvendes der ved den her omhandlede fremgangsmåde en hvirvellagsgranulater, der er en todelt, fortrinsvis cylindrisk beholder. Derved finder granuleringsprocessen sted i den nedre del. Den øvre del, der fortrinsvis er udvidet til den dobbelte diameter af den nedre del, tjener til for-udskillelse af korn med mellem-

10 størrelse fra afgangsgassen og til størkning af de forstøvningsdråber, der ikke har ramt nogen partikler i hvirvellaget.

Fraskillelsen af fint materiale eller produktstøv fra afgangsgassen kan enten ske inden i eller uden for

15 hvirvellagsgranulatoren. Den interne fraskillelse sker fortrinsvis på filterslanger 3, der er anordnet i den øvre del af beholderen 1. En forudsætning for anvendeligheden af sådanne filterslanger er, at produktet agglomereres på deres overflade. Det således agglomererede fi-

20 ne materiale falder ved rensning af filterslangerne tilbage i hvirvellaget med tilstrækkelig faldhastighed. Den eksterne fraskillelse af det af afgangsgassen medrevne fine materiale sker fortrinsvis ved hjælp af en cyklon eller et filter. Det udskilte fine materiale falder derved

25 ned i en drejesluse, der er nødvendig til opretholdelse af trykforskellen mellem hvirvellag og støvfraskiller. Fra drejeslusen føres det fine materiale fortrinsvis pneumatisk via en separat ledning ved hjælp af en drivgasstrøm tilbage til hvirvellaget og fortrinsvis til dysernes for-

30 støvningsområde, således at der sikres en ensartet vækst af alle partikler i kornstørrelsesspektret. Derudover er også andre gængse metoder til tilbageføring af fint materiale anvendelige, såfremt der derved sikres en ensartet fordeling i hvirvellaget.

35

Ved den her omhandlede fremgangsmåde ledes gassen, der tjener til fluidisering og omdannelse til fast form af

0

det indsprøjtede produkt, ind i den nedre del af hvirvellagsgranulatoren. Som fluidiseringsgasser kan der derved anvendes alle gængse, under arbejdsbetingelserne indifferente gasser. På tale kommer fortrinsvis luft og indifferente gasser, f.eks. nitrogen.

5

Temperaturen af fluidiseringsgassen kan varieres inden for et større område. I almindelighed arbejdes der ved temperaturer mellem  $-20$  og  $+700^{\circ}\text{C}$ , fortrinsvis mellem  $0$  og  $650^{\circ}\text{C}$ .

10

Fluidiseringsgassens hastighed kan varieres inden for et større område. I almindelighed arbejdes der ved gashastigheder (tomrørshastigheder) på  $0,4-4$  m/sek., fortrinsvis  $0,5-2$  m/sek. Mængden af fluidiseringsgassen beregnes derved ud fra hastigheden af fluidiseringsgassen, vægtfylden og tværsnitsarealet af apparatets granuleringsdel.

15

Hastigheden af fluidiseringsgassen vælges således, at der opretholdes et så stærkt bevæget hvirvellag, at der på den ene side ikke optræder en uønsket sammenblanding af partiklerne, og på den anden side sliddet i hvirvellaget og medrivningen af fast stof fra hvirvellaget ikke stiger for meget.

20

Tilstrømningsbunden er i apparaturet til gennemførelse af den her omhandlede fremgangsmåde enten plan eller tragtformet. Tilstrømningsbunden er fortrinsvis opbygget tragtformet, hvorved åbningsvinklen kan varieres inden for et bestemt område. Der foretrækkes en åbningsvinkel på tragten mellem  $140$  og  $160^{\circ}\text{C}$ . Ved anvendelse af tilstrømningsbunde med sådanne åbningsvinkler og med perforerede bundplader, der sikrer en radiale indefter rettet udstrømning, føres især de større partikler i hvirvellaget til det centralt i tilstrømningsbunden udmundende, sorterende udløb. Andre arter af tilstrømningsbund/sorteringsanordning er dog også muligt. For eksempel kan granulatoren også opbygges med rektangulær form med en plan eller skrånende

30

35

0

bund. Også anvendelsen af flere sorteringsanordninger, der er fordelt over tilstrømningsfladen, er mulig. Derved kan bundsegmenterne være plane eller skråne mod sorteringsanordningen. I en særlig foretrukken form har bundsegmentets tværsnitsflade form som en sekskant. I midten af dette bundsegment er der på lignende måde som ved den i fig. 8 viste anordning i hvert enkelt tilfælde anordnet en dyse omgivet af en ringformet sorteringsanordning. På denne måde opbygges granulatorens af et stort antal ensartede bundsegmenter. Med denne anordning opnås, at sorteringshyppigheden forbliver konstant uafhængigt af apparatdimensionerne.

Som det endvidere fremgår af fig. 3, er der i hvirvellagets højde anbragt forstøvningsdyser 5, gennem hvilke det flydende produkt i finfordelt form føres ind i hvirvellaget. Opnåelsen og bevarelsen af den stationære tilstand i hvirvellaget kontrolleres via lagtryktabet, der indstiller sig af sig selv. Lagtryktabet vises og registreres af et trykmåleapparat 6. Afvigelser fra normalværdien er et tegn på forstyrrelser i granuleringsprocessen. Ved tilstrømningsbunden 2 er der centralt anbragt et udlødningsrør 7, i hvis øvre, til tilstrømningsbunden 2 grænsende del en siksak-sorteringsanordning 8 er indbygget i niveau. En yderligere trykregulator 9 findes mellem udløbet fra siksak-sorteringsanordningen 8 og afgangsgasventilatoren 4. Denne regulator 9 efterindstiller afgangsgasventilatoren 4 på den måde, at der ved udgangen af siksak-sorteringsanordningen til stadighed hersker et tryk, der kun ligger lidt under atmosfæretryk. På denne måde kan man undvære et yderligere organ, der afslutter siksak-sorteringsanordningen, f.eks. en sluse. Det færdige granulat falder uhindret ud af udløbet 7 og opfanges i en forrådsbeholder 10.

Forstøvningen af det i hvirvellaget indsprøjtede, flydende produkt sker ved den her omhandlede fremgangsmåde fortrinsvis nedefra og oppefter i hvirvellaget.

35

0

Til indsprøjtning af det flydende produkt i hvirvellaget anvendes der ved den her omhandlede fremgangsmåde fortrinsvis tostofdysere, der forstøver det flydende produkt fint og desuden bidrager til en god gennemblanding af hvirvellaget. Hvis neutralpunktet af trykprofilen ligger i den sorterende udledning, hersker der undertryk i granulatoren. Dyserne kan udskiftes under løbende drift, uden at der undviger gas til omgivelserne. Den luft, der strømmer ind i granulatoren udefra gennem dysernes indbygningsåbninger, forhindrer oven i købet undvigelse af produkt. For ved anlæg, der er gjort indifferente, at forhindre et luftindbrud under udskiftningen, foretrækkes en udførelsesform, hvorved der strømmer forstøvningsgas mod den indbrydende luft.

15

En skematisk afbildning af en sådan anordning er vist i fig. 8. I denne figur betyder

a = bund af tilstrømningshætte

b = yderligere bund

c = bøsning

20

d = sideboring

e = dyseføringsrør

f = tostofdysse

g = forstøvningsgastilførsel

h = produkttilførsel

25

Gassen g, der tjener til forstøvning af det flydende produkt, ledes i dette tilfælde gennem et rum, der dannes under tilstrømningsbunden a af en yderligere bund b. I bundene, der afgrænser rummet, er der for hver dyse f indsvejset en med en sideboring d forsynet bøsning c til optagelse af dyseføringsrøret e. Dyseføringsrøret er derved så langt, at det rækker fra underkanten af bøsningen til kort over tilstrømningsbunden. Det er ligeledes forsynet med en sideboring, således at tilledningen af forstøvningsgas til dysen kan afbrydes helt eller delvist ved drejning af dyseføringsrøret. Når dysen er trukket ud af dyseføringsrøret,

35

0

skal der strømme så meget forstøvningsgas ind i indbygningsåbningen, at ingen partikler gennem denne åbning kan falde ud fra hvirvellaget, og desuden ingen omgivelsesluft strømmer ind i granulatorens.

5

Tostofdysen indeholder ligeledes en sideboring, gennem hvilken forstøvningsgassen, når dysen er indbygget, kan strømme fra dyseføringsrøret ind i dysens gasføringskanal.

Tilførslen af det flydende produkt reguleres ved gennemførelsen af den her omhandlede fremgangsmåde på den ved granulatorer og forstøvningstørrere gængse måde via afgangsluftens temperatur.

Som det fremgår af fig. 4 og 5 består siksak-sorteringsanordningen 8 i den viste anordning ifølge opfindelsen af et stort antal rette rektangulære kanaler 11, der støder op til hinanden i en vinkel på ca.  $120^{\circ}$ . Kanalerne 11 begrænses af siksakformet bøjede ribbeplader 12. Ved den nedre ende af siksak-sorteringsanordningen 8 er der anordnet en gasfordeler 13, ved hjælp af hvilken der føres den samme gasmængde til alle sorteringsgaskanalerne. I hvert sorterings-element, hvorved der her skal forstås strækningen mellem to nabostillede sorteringssteder, dannes der en cylindrisk hvirvel. Materialet, der skal sorteres, glider nedad på den foreliggende nedre flade, kommer gennem sorteringsgasstrømmen, bevæger sig derefter opad på den foreliggende øvre flade og kommer her på ny gennem sorteringsgasstrømmen. Ved hver gennemgang gennem gasstrømmen sker der en sortering, således at der trods en ringe adskillelsesskarphed i de enkelte sorterings-elementer alt i alt opnås en høj adskillelsesskarphed som følge af de mange gentagelser.

30

Ved anvendelse af siksak-sorteringsanordninger er det særlig fordelagtigt at anvende en sorteringsanordning med indstilleligt tværsnit, jf. fig. 5.

Fastlæggelsen af det nødvendige mindste-gennemgangstværsnit af sorteringsstrækningen i siksak-sorteringsanordningen må ske eksperimentelt, fordi det er afhængigt af

35

0

lagets kornfordeling og den granulatstrøm, der skal udtages. Hvis gennemgangstværsnittet er for lille, er en stationær drift ifølge fig. 1 ikke mulig, da der ikke udledes en tilstrækkelig granulatmængde, og lagindholdet og kornstørrelsen i dette tilfælde vokser ukontrolleret. Hvis gennemgangstværsnittet derimod er for stort, fås der ganske vist ingen forstyrrelser af granulatdannelsen, men denne driftsmåde kan være ugunstig i henseende til energimæssige aspekter. Til ændring af gennemgangstværsnittet findes der derfor i sorteringsanordningen (jf. fig. 6) en indstillingsanordning 14, med hvilken spaltelængden i siksak-sorteringsanordningen og dermed sorteringsanordningstværsnittet kan ændres. Indstillingsanordningen består af kamagtigt med hinanden forbundne, efter siksakprofilen tilpassede mellemstykker, der ved hjælp af et drev 15 kan forskydes på tværs, altså vinkelret på sorteringsanordningens akse. Indstillingsanordningen 14 er forbundet med en reguleringsanordning 16, der via en ventil 17 efterregulerer sorteringsgasstrømmen på den måde, at strømningshastigheden i siksak-sorteringsanordningen 8 trods det foranderlige tværsnit forbliver konstant. Den optimale indstilling af indstillingsanordningen bestemmes empirisk, idet man først finder den sorteringsgasmængde, der er nødvendig for den ønskede granulatstørrelse, i fuldt åbnet tilstand. Derefter indstilles lagindholdet af sig selv. Derefter nedsættes det frie sorteringstværsnit ved hjælp af indstillingsanordningen, indtil lagindholdet (målt via lagtryktabet) stiger. Derved er det mindste nødvendige sorteringsanordningstværsnit for granuleringsprocessen fundet. Til stationær drift vælges sorteringstværsnittet noget større end nødvendigt, således at der sikres stabile driftsbetingelser.

30

Et særlig fordelagtigt apparat til gennemførelse af den her omhandlede fremgangsmåde er vist skematisk i fig. 9. I denne figur har de anførte tal følgende betydning:

35

- 0
- 1 = granulatorbeholder  
 2 = tilstrømningsbund  
 5 = forstøvningsdyse  
 6 = trykmåleapparat
- 5
- 7 = udledningsrør  
 8 = siksak-sorteringsanordning med ringspalteform  
 10 = produktudledning  
 13 = sorteringsgasfordeler  
 18 = indfyldningsstuds for startgranulat
- 10
- 19 = anordning til fraskillelse af fint materiale  
 (cyklon)  
 20 = cylindrisk stykke  
 21 = drejese  
 22 = drivgastilførsel
- 15
- 23 = tilbageføring af fint materiale  
 24 = forstøvningsgastilførsel  
 25 = tilførsel af produktet, der skal forstøves  
 26 = sorteringsgastilførsel  
 27 = tilførsel af fluidiseringsgas
- 20
- 28 = udløb af afgangsgas til ventilator.

I de her omhandlede granulater kan de procentuelle andele af de indeholdte komponenter varieres inden for et større område. Andelen af aktiv komponent eller aktive komponenter ligger i almindelighed mellem 1 og 100 vægt-%. Hvis der

25

indsprøjtes smelter eller opløsninger af enkelte aktive stoffer, består det fremkomne granulat for op til 100%'s vedkommende af de pågældende stoffer, og der er eventuelt indeholdt op til 5 vægt-% opløsnings- eller fortyndingsmiddel. Hvis der indsprøjtes væsker, der foruden de aktive komponenter

30

indeholder yderligere bestanddele, såsom indifferente fyldmaterialer, dispergeringsmidler, bindemidler og/eller andre tilsætningsstoffer, ligger andelen af aktive komponenter i almindelighed mellem 5 og 95 vægt-%, fortrinsvis mellem 10 og 80 vægt-%. Andelen af indifferente fyldmaterialer udgør

35

i almindelighed 0 til 99 vægt-%, fortrinsvis 0 til 95 vægt-%.

0

Dispergeringsmidler og/eller bindemidler samt eventuelt yderligere tilsætningsstoffer foreligger i almindelighed i andele på 0 til 40 vægt-%, fortrinsvis 0 til 30 vægt-%.

5 De her omhandlede granulatpartikler udviser i almindelighed en partikelstørrelse på 0,1-3 mm, fortrinsvis 0,2-2 mm. Kornstørrelsen af de her omhandlede granulatpartikler retter sig derved efter granulatets anvendelsesformål. Kornstørrelsesfordelingen er i sammenligning med granulater, der er fremstillet på gængs måde, meget snæver. I almindelighed afviger partikeldiameteren kun maksimalt en halv gennemsnitlig kornstørrelse fra den gennemsnitlige partikeldiameter ( $d_{50}$ ).

10 De her omhandlede granulatpartikler er ensartet formede og har en høj styrke. De udviser en kompakt mikroporøs struktur og er trods dette spontant dispergerbare eller opløselige i vand eller andre opløsningsmidler. Ved spontan dispergerbarhed eller opløselighed skal der i det foreliggende tilfælde forstås, at partiklerne i almindelighed dispergeres eller opløses fuldstændigt i løbet af 0,5-3 minutter, fortrinsvis 1-2 minutter.

15 De her omhandlede granulater kan alt efter de indeholdte aktive komponenter anvendes til de mest forskellige formål. Granulater, der indeholder agrokemiske virksomme stoffer, kan anvendes til plantebeskyttelse ifølge gængse metoder. For eksempel dispergeres eller opløses sådanne granulater i vand. De derved dannede dispersioner eller opløsninger kan eventuelt efter forudgående fortynding ifølge gængse metoder udbringes på planterne og/eller deres omgivelser, altså f.eks. ved sprøjtning, forstøvning eller vanding. Anvendelsesmængden retter sig derved efter koncentrationen af dispersionen eller opløsningen og efter den pågældende indikation samt efter de indeholdte aktive komponenter. Hvis der i de her omhandlede granulater ikke er indeholdt agrokemiske virksomme stoffer, men andre aktive komponenter, sker anvendelsen ifølge metoder, der er gængse

35

0

se inden for det pågældende tekniske område. Anvendelsesmængden er også her afhængig af de foreliggende aktive komponenter og den foreliggende indikation.

De ved den her omhandlede fremgangsmåde fremstillede granulater kan i mange tilfælde også underkastes en termisk efterbehandling. Således kan f.eks. zeolitgranulater hærdes eller aktiveres ved, at de opvarmes til temperaturer mellem 300 og 700°C, fortrinsvis mellem 350 og 650°C. Granulater, der indeholder uorganiske oxider og kommer på tale som katalysatorer eller katalysatorbærere, kan hærdes ved, at de opvarmes til temperaturer mellem 500 og 1000°C.

Den her omhandlede fremgangsmåde illustreres ved de følgende eksempler.

#### 15 Fremstillingseksempler.

##### Eksempel 1.

I et granuleringsapparat ifølge opfindelsen af den i fig. 9 viste type med følgende dimensioner:

20	diameter af tilstrømningsbund	225 mm
	diameter af beroligelsesrum	450 mm
	samlet højde af granulator	ca. 2 m
	sprøjtedyser	1 tostofdysse
	tværsnit af sorteringsanordning	880 mm <sup>2</sup>
	siksak-sorteringsanordning	10 dele

25 gennemføres en granulering ud fra en vandig natriumchloridopløsning med et indhold på 23 vægt-% natriumchlorid. Denne opløsning sprøjtes ved en temperatur på 20°C ind i hvirvellagsgranulatoren. Til fluidisering af lagindholdet indblæses der luft i en mængde på 127.5 kg pr. time. Fluidiseringsgassens indløbstemperatur er 180°C, og udløbstemperaturen er 80°C. Som sorteringsgas indblæses der luft i en mængde på 18 kg pr. time. Sorteringsgassens temperatur er 20°C. Hvirvellagets indhold udgør 3 kg, og granuleringsydelsen ligger ved 1,5 kg pr. time. Der fås et fritstrømmende granulat med en rysterumvægt på 1075 kg/m<sup>3</sup> og en gennemsnitlig kornstørrelse  $d_{50}$  på 1,5 mm. Den ved sigteanalyse bestemte kornstørrelsesfordeling er vist ved kurve 1 i fig. 7.

35

0

Eksempel 2.

I det i eksempel 1 beskrevne apparatur gennemføres en granulering af en vandig suspension.

5 Først blandes en pulverformig forblanding, der består af

50 vægt-% 2-isopropoxy-phenyl-N-methyl-carbamat

2 vægt-% magnesiumoxid

4 vægt-% højdispers kiselsyre

10 10 vægt-% alkylarylsulfonat og

10 34 vægt-% stenmel

under omrøring med så meget vand, at der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof på 60 vægt-%. Denne suspension sprøjtes ved en temperatur på 20°C ind i hvirvellagsgranulatoren. Granuleringen sker under de nedenfor angivne betingelser.

15

fluidiseringsgas: luft  
 gasgennemgang 127,5 kg/time  
 indløbstemperatur 95°C  
 udløbstemperatur 35°C

20

sorteringsgas: luft  
 gasgennemgang 12 kg/time  
 gastemperatur 20°C

lagindhold: 1,2 kg

granuleringsydelse: 4 kg/time

25

Der fås et fritstrømmende granulat med en rysterumvægt på 785 kg/m<sup>3</sup> og en gennemsnitlig kornstørrelse d<sub>50</sub> på 0,7 mm. Den ved sigteanalyse bestemte kornstørrelsesfordeling er vist ved kurve 2 i fig. 7.

30

Eksempel 3.

I det i eksempel 1 beskrevne apparatur gennemføres granulering af en smelte.

35 En alkylpolyglycolether, der smelter ved 60°C, sprøjtes ved en temperatur på 70°C ind i hvirvellagsgranulatoren. Granuleringen sker under de nedenfor angivne betingelser.

0  
 fluidiseringsgas: luft  
 gasgennemgang 127,5 kg/time  
 indløbstemperatur 18°C  
 udløbstemperatur 25°C

5  
 sorteringsgas: luft  
 gasgennemgang 8 kg/time  
 gastemperatur 20°C

lagindhold: 1,8 kg  
 granuleringsydelse: 3 kg/time

10  
 Der fås et fritstrømmende granulat med en rysterumvægt på 535 kg/m<sup>3</sup> og en gennemsnitlig kornstørrelse d<sub>50</sub> på 0,36 mm. Den ved sigteanalyse bestemte kornstørrelsesfordeling er vist ved kurve 3 i fig. 7.

15 Eksempel 4.

I det i eksempel 1 beskrevne apparatur ifølge opfindelsen gennemføres granulering af en vandig suspension (opslæmning). Derved anvendes der som forstøvningsdyse en tostofdyse. Som sorteringsanordning anvendes en siksak-sorteringsanordning. Fraskillelsen af det fine materiale sker  
 20 eksternt ved hjælp af en cyklon.

Først blandes en forblanding, der består af  
 70 vægt-% 6-phenyl-4-amino-3-methyl-1,2,4-triazin-  
 -5(4H)-on

25 5 vægt-% alkylarylsulfonat  
 5 vægt-% formalet lerjord og  
 20 vægt-% dispergeringsmiddel på basis af ligninsulfonat

30 under omrøring med så meget vand, at der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof på 65 vægt-%. Denne opslæmning sprøjtes ved en temperatur på 20°C ind i hvirvel-lagsgranulatoren ved hjælp af luft. Den kontinuerlige granulering sker under de nedenfor angivne betingelser.

35 fluidiseringsgas: luft  
 gasgennemgang 130 kg/time

0		indløbstemperatur 96°C
		udløbstemperatur 60°C
	sorteringsgas:	luft
		gasgennemgang 8 kg/time
5		gastemperatur 20°C
	drivgas:	luft
		gasgennemgang 9 kg/time
	granuleringsydelse:	2,4 kg/time

Der fås et støvfrit fritstrømmende granulat med en rysterumvægt på

Granulatpartiklerne er næsten runde. Den gennemsnitlige kornstørrelse  $d_{50}$  er 530  $\mu\text{m}$ .

Granulatpartiklerne dispergeres i vand i løbet af sekunder.

15

#### Eksempel 5.

I det i eksempel 1 beskrevne apparatur gennemføres granulering af en vandig suspension (opslæmning).

Først blandes en pulverformig forblanding, der indeholder N-(5-ethylsulfonyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)-N,N'-dimethylurinstof, under omrøring med så meget vand, at der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof på 60 vægt-%. Denne suspension indsprøjtes i hvirvellagsgranulatoren ved hjælp af forstøvningsgas. Granuleringen sker under de neden-

25

	fluidiseringsgas:	nitrogen
		gasgennemgang 127 kg/time
		indløbstemperatur 80°C
		udløbstemperatur 40°C
30	sorteringsgas:	nitrogen
		gasgennemgang 9 kg/time
		gastemperatur 40°C
	forstøvningsgas:	nitrogen
		gasgennemgang 6 kg/time
35		gastemperatur 20°C

0  
 drivgas (tilbageføring): nitrogen  
 gasgennemgang 15 kg/time  
 gastemperatur 40°C  
 granuleringsydelse: 3 kg/time

5 Der fås et støvfrit fritstrømmende granulat med en  
 rysterumvægt på 690 kg/m<sup>3</sup>. Den gennemsnitlige kornstørrel-  
 se d<sub>50</sub> er 500 µm.

#### Eksempel 6.

10 I det i eksempel 1 beskrevne apparatur gennemføres  
 granulering af en vandig suspension (opslæmning).

Først blandes en pulverformig forblanding, der inde-  
 holder N,N-dimethyl-N'-(fluordichlor-methylmercapto)-N'-(4-  
 -methylphenyl)-sulfamid, under omrøring med så meget vand,  
 15 at der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof  
 på 60 vægt-%. Denne suspension indsprøjtes i hvirvellagsgra-  
 nulatoren ved hjælp af forstøvningsgas. Granuleringen sker  
 under de nedenfor angivne betingelser.

fluidiseringsgas: nitrogen  
 20 gasgennemgang 127 kg/time  
 indløbstemperatur 95°C  
 sorteringsgas: nitrogen  
 gasgennemgang 11,5 kg/time  
 gastemperatur 40°C  
 25 forstøvningsgas: nitrogen  
 gasgennemgang 6 kg/time  
 gastemperatur 20°C  
 drivgas (tilbageføring): nitrogen  
 gasgennemgang 20,8 kg/time  
 30 gastemperatur 40°C  
 granuleringsydelse: 3,8 kg/time

Der fås et støvfrit fritstrømmende granulat med en  
 rysterumvægt på 683 kg/m<sup>3</sup>. Den gennemsnitlige kornstørrel-  
 se d<sub>50</sub> er 400 µm.

0

Eksempel 7.

I det i eksempel 1 beskrevne apparatur gennemføres granulering af en vandig suspension (opslæmning).

Først blandes en pulverformig forblanding, der indeholder 1-(4-chlorphenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)-butan-2-ol, under omrøring med så meget vand, at der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof på 50 vægt-%. Denne suspension indsprøjtes i hvirvellagsgranulatoren ved hjælp af forstøvningsgas. Granuleringen sker under de nedenfor angivne betingelser.

fluidiseringsgas:	nitrogen
	gasgennemgang 127 kg/time
	indløbstemperatur 85°C
	udløbstemperatur 35°C
sorteringsgas:	nitrogen
	gasgennemgang 11,5 kg/time
	gastemperatur 35°C
forstøvningsgas:	nitrogen
	gasgennemgang 6,5 kg/time
	gastemperatur 20°C
drivgas (tilbageføring):	nitrogen
	gasgennemgang 19 kg/time
	gastemperatur 35°C
granuleringsydelse:	2,5 kg/time

Der fås et støvfrit fritstrømmende granulat med en rysterumvægt på 942 kg/m<sup>3</sup>. Den gennemsnitlige kornstørrelse d<sub>50</sub> er 400 µm.

Eksempel 8.

30

I det i eksempel 1 beskrevne apparatur gennemføres granulering af en vandig suspension (opslæmning).

Først blandes en pulverformig forblanding, der indeholder 1-(4-chlorphenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)-butan-2-on, under omrøring med så meget vand, at der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof på 60 vægt-%. Denne suspension indsprøjtes i hvirvellagsgranulatoren ved hjælp

35

0

af forstøvningsgas. Granuleringen sker under de nedenfor angivne betingelser.

5

fluidiseringsgas: nitrogen  
 gasgennemgang 127 kg/time  
 indløbstemperatur 50°C  
 udløbstemperatur 29°C

10

sorteringsgas: nitrogen  
 gasgennemgang 25 kg/time  
 gastemperatur 40°C

forstøvningsgas: nitrogen  
 gasgennemgang 6 kg/time  
 gastemperatur 20°C

15

drivgas (tilbageføring): nitrogen  
 gasgennemgang 10 kg/time  
 gastemperatur 40°C

granuleringsydelse: 1,5 kg/time

Der fås et støvfrit fritstrømmende granulat med en rysterumvægt på 667 kg/m<sup>3</sup>. Den gennemsnitlige kornstørrelse  $d_{50}$  er 500  $\mu\text{m}$ .

20

#### Eksempel 9.

I det i eksempel 1 beskrevne apparatur gennemføres granulering af en vandig suspension (opslæmning).

25

Først blandes en pulverformig forblanding, der indeholder N-(2-benzthiazolyl)-N,N'-dimethylurinstof, under omrøring med så meget vand, at der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof på 50 vægt-%. Denne suspension indsprøjtes i hvirvellagsgranulatoren ved hjælp af forstøvningsgas. Granuleringen sker under de nedenfor angivne betingelser.

30

fluidiseringsgas: nitrogen  
 gasgennemgang 127 kg/time  
 indløbstemperatur 85°C  
 udløbstemperatur 40°C

35

sorteringsgas: nitrogen

0		gasgennemgang 15,5 kg/time
		gastemperatur 40°C
	forstøvningsgas:	nitrogen
		gasgennemgang 6 kg/time
5		gastemperatur 20°C
	drivgas (tilbageføring):	nitrogen
		gasgennemgang 21 kg/time
		gastemperatur 35°C
	granuleringsydelse.	3,3 kg/time
10	Der fås et støvfrit fritstrømmende granulat med en ry-	
	sterumvægt på 575 kg/m <sup>3</sup> . Den gennemsnitlige kornstørrelse d <sub>50</sub>	
	er 1000 um.	

Eksempel 10.

15 I det i eksempel 4 beskrevne apparatur gennemføres gra-  
nulering af en vandig suspension (opslæmning).

Først blandes en pulverformig forblanding, der indehol-  
der 97,5 vægt-% 4-amino-6-(1,1-dimethylethyl)-3-methylthio-  
-1,2,4-triazin-5(4H)-on, under omrøring med så meget vand, at  
20 der fås en vandig suspension med et indhold af fast stof på  
50 vægt-%. Denne suspension indsprøjtes i hvirvellagsgranula-  
toren ved hjælp af forstøvningsgas. Granuleringen sker under  
de nedenfor angivne betingelser.

	fluidiseringsgas:	nitrogen
25		gasgennemgang 127 kg/time
		indløbstemperatur 100°C
		udløbstemperatur 40°C
	sorteringsgas:	nitrogen
		gasgennemgang 11,5 kg/time
30		gastemperatur 40°C
	forstøvningsgas:	nitrogen
		gasgennemgang 6,6 kg/time
		gastemperatur 20°C
	drivgas (tilbageføring):	nitrogen
35		gasgennemgang 14,5 kg/time

0

gastemperatur 40°C

granuleringsydelse: 4,5 kg/time

Der fås et støvfrit fritstrømmende granulat med en  
rysterumvægt på 530 kg/m<sup>3</sup>. Den gennemsnitlige kornstørrelse

5

$d_{50}$  er 450  $\mu\text{m}$ .

10

15

20

25

30

35

0

P a t e n t k r a v .

1. Fremgangsmåde til kontinuerlig fremstilling af granulater med snæver kornstørrelsesfordeling, k e n d e t e g -  
n e t ved, at

5

a) produktet, der skal granuleres, i flydende form sprøjtes ind i et hvirvellag,

b) andelene af fint materiale, der undviger med afgangsgassen fra hvirvellaget, fraskilles og føres tilbage til hvirvellaget som kim for granulatdannelsen,

10

c) granuleringsprocessen i hvirvellaget udelukkende ved indstilling af sorteringsgasstrømmen påvirkes således, at der dannes granulat-korn med den af sorteringsgasstrømmen givne størrelse,

15

d) det færdige granulat alene via en eller flere modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordninger, der er indsat i hvirvellagsapparatets tilstrømningsbund, udtages, og

20

e) det fremstillede granulat eventuelt underkastes en termisk efterbehandling.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g -  
n e t ved, at der som produkt, der skal granuleres, anvendes en væske, der indeholder en eller flere aktive komponenter.

25

3. Fremgangsmåde ifølge krav 2, k e n d e t e g -  
n e t ved, at der som aktive komponenter anvendes agro-kemiske virksomme stoffer, virksomme stoffer til bekæmpelse af skadelige organismer inden for husholdnings- og hygiejneområdet, farmakologisk virksomme stoffer, næringsstoffer, sødestoffer, farvestoffer, organiske kemikalier og/eller uorganiske kemikalier.

30

35

4. Fremgangsmåde ifølge krav 1; k e n d e t e g -

0

n e t ved, at andelene af fint materiale, der undviger fra hvirvellaget, kontinuerligt ved hjælp af en cyklon eller et støvfilter skilles fra afgangsluften og føres tilbage til hvirvellaget, eller at der bevirkes en intern tilbageføring af fint materiale ved hjælp af et støvfilter, der er anordnet over hvirvellaget.

5

5. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at der som udledning anvendes en eller flere siksak-sorteringsanordninger, hos hvilke spaltelængden og dermed

10

sorteringsanordningens tværsnit kan indstilles ved hjælp af kamagtigt med hinanden forbundne, efter siksak-profilen tilpassede og vinkelret på sorteringsanordningens akse forskydelige mellemstykker.

15

6. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det færdige granulat udtages via en tilstrømningsbund, der er opdelt i flere sekskantede segmenter, der hver især skråner mod deres midte og dér har en dyse samt en

20

ringspalteformet modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordning, der omgiver dysen, som udledning.

7. Apparat til kontinuerlig fremstilling af granulat med snæver kornstørrelsesfordeling, k e n d e t e g n e t ved, at det består af en hvirvellagsgranulator,

25

- der indeholder indretninger til indsprøjtning af det i sprøjtelig form tilførte produkt,
- endvidere indeholder et system, der er egnet til tilbageføring af de andele af fint materiale, der undviger fra hvirvellaget,
- og ved hvis tilstrømningsbund der er anbragt en eller flere modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordninger.

30

8. Apparat ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved,

35

0

at der som modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordning anvendes en siksak-sorteringsanordning.

5

9. Apparat ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved, at der som modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordning anvendes en siksak-sorteringsanordning, hos hvilken spaltelængden og dermed sorteringsanordningens tværsnit kan indstilles ved hjælp af kamagtigt med hinanden forbundne, efter siksak-profilen tilpassede og vinkelret på sorteringsanordningens akse forskydelige mellemstykker.

10

10. Apparat ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved, at der til tilførsel af produktet, der skal granuleres, anvendes tostofdyser, hvis forsyning med forstøvningsgas er udformet således, at der ved dyseudskiftning under løbende drift ikke kommer omgivelsesluft ind i granulatoren og ikke kommer produkt ud af granulatoren.

15

11. Apparat ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved, at tilstrømningsbunden er opdelt i flere sekskantede segmenter, der hver især skråner mod deres midte og dér har en dyse samt en ringspalteformet modstrøms-tyngdekraft-sorteringsanordning, der omgiver dysen, som udledning.

20

12. Ved fremgangsmåden ifølge krav 1 fremstilleligt granulat, k e n d e t e g n e t ved, at det

25

30

35

- indeholder 1-100 vægt-% af mindst én aktiv komponent, 0-99 vægt-% indifferent fyldmateriale og 0-40 vægt-% dispergerings- og/eller bindemiddel samt eventuelt tilsætningsstoffer,
- udviser en gennemsnitlig kornstørrelse på 0,1-3 mm,
- udviser en snæver kornstørrelsesfordeling, idet den største og den mindste partikeldiameter afviger maksimalt en halv gennemsnitlig kornstørrelse fra gennemsnitsværdien,

0

- er formet ensartet og opbygget homogent og udviser en kompakt mikroporøs struktur, og
- er spontant dispergerbart eller opløseligt i vand eller andre opløsningsmidler.

5

10

15

20

25

30

35