



⑫ A **Terinzagelegging** ⑪ **8401362**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze voor het met een polymeer omhullen van deeltjesvormige materialen teneinde de gereguleerde afgifte van deze materialen aan de omgeving mogelijk te maken alsmede aldus verkregen omhuld deeltjesvormig materiaal.**
- ⑤1 Int.Cl.: C05G 3/00, A01N 25/28, A61K 9/52, B01J 8/10, B01J 8/24.
- ⑦1 Aanvrager: Nederlandse Centrale Organisatie voor Toegepast-Natuurwetenschappelijk Onderzoek te 's-Gravenhage.
- ⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.
-

- ⑳ Aanvraag Nr. 8401362.
- ㉑ Ingediend 27 april 1984.
- ㉒ --
- ㉓ --
- ㉔ --
- ㉕ --
-

- ㉖ Ter inzage gelegd 18 november 1985.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Werkwijze voor het met een polymeer omhullen van deeltjesvormige materialen teneinde de gereguleerde afgifte van deze materialen aan de omgeving mogelijk te maken alsmede aldus verkregen omhuld deeltjesvormig materiaal.

5

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het met een polymeer omhullen van deeltjesvormige materialen teneinde de gereguleerde afgifte van deze materialen aan de omgeving mogelijk te maken.

Het is bekend deeltjesvormige materialen te voorzien van een omhul-
10 ling, die er voor zorgt, dat de in de deeltjesvormige materialen aanwezige werkzame stof gereguleerd aan de omgeving wordt afgegeven.

Het op deze wijze omhullen van deeltjesvormige meststoffen is algemeen bekend. Gewezen wordt op een overzichtsartikel in Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4e druk, deel 10 (1975), blz. 233 en de
15 daar geciteerde literatuur. Volgens het Britse octrooischrift 750.807 wordt bijvoorbeeld een meststof gemengd met een oplossing van een polymeer van een polaire vinylverbinding in een organisch oplosmiddel. Na het verwijderen van het oplosmiddel zijn de deeltjes bedekt met een laag van het polymeer.

20 Uit het Duitse octrooischrift 1.248.687 is het bekend meststoffen te bekleden met behulp van waterige oplossingen, die in oplossing een mengsel of voorcondensaat van 20 tot 80 gew.% van een aminoplastvoorcondensaat en 80 tot 20 gew.% van een copolymeer van 50 tot 90 gew.% van een acrylzuur- of methacrylzuurester met een éénwaardige, niet-polymeriseerbare alcohol, 5 tot 30 gew.% van een α, β -ethenisch onverzadigd mono-
25 of dicarbonzuur en 2 tot 45 gew.% van andere monomere copolymeriseerbare verbindingen bevatten, terwijl volgens het Duitse octrooischrift 1.250.456 een waterige oplossing van een mengsel van 20 tot 80 gew.% van een aminoplastvoorcondensaat en 80 tot 20 gew.% van een polyestercomponent wordt gebruikt. Na het bekleden van de meststoffen met de waterige
30 oplossingen harden de componenten van deze oplossingen uit tot een bekledingslaag op de meststofdeeltjes.

Voor het bekleden van kunstmestdeeltjes gebruikt men volgens de Duitse "Auslegeschriften" 1.242.573 en 1.254.162 copolymeren van dicyclo-
35 pentadien en drogende of halfdrogende oliën en volgens het Duitse "Auslegeschrift" 1.270.579 drogende olieachtige polyeenpolymeren, die onder invloed van katalysatoren worden geïsommeriseerd en na opbrengen op de deeltjes worden gedroogd.

Volgens het Duitse octrooischrift 1.467.383 gebruikt men een meng-
40 sel van een vrije vinylgroepen bevattend polyeenpolymeer met een drogen-

8401362

de olie en een lipofiel aminoplastcondensaat. Volgens het Duitse octrooischrift 1.592.655 neemt men in kunststoflagen, die bedoeld zijn voor de bekleding van kunstmestdeeltjes, organische stoffen, die met water opzwellen, of fijnverdeelde zouten, oxiden en/of metalen op. Volgens 5 het Franse octrooischrift 2.253.553 gebruikt men voor het bekleden van meststoffen onder invloed van ultraviolet licht afbreekbare kunststof.

Het is eveneens bekend geneesmiddelen te bekleden met polymeren teneinde er voor te zorgen, dat de afgifte van het geneesmiddel in het maag-darm-kanaal nauwkeurig kan worden gereguleerd. Gewezen wordt op 10 Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3e druk, deel 17 (1982), blz. 304 en de daar genoemde literatuurplaatsen.

Bij alle tot dusver bekende werkwijzen voor het bekleden van deeltjes teneinde de gereguleerde afgifte van werkzame stof mogelijk te maken, heeft men gebruik gemaakt van oplossingen van polymeren in water of 15 organische oplosmiddelen dan wel van olieachtige mengsels. Het nadeel van deze bekende werkwijzen is, dat men het oplosmiddel moet verwijderen dan wel vrij langdurig moet drogen of uitharden. Daarbij passeert men altijd een gebied, waarin de bekleding van de deeltjes viskeus en/of kleverig is, waardoor de deeltjes aan elkaar gaan plakken, wat tot vorming van agglomeraten dan wel tot beschadiging van de opgebrachte bekledingslaag leidt. Het nadeel van het beschadigen van de bekledingslagen kan weliswaar worden opgevangen door meer dan één bekledingslaag aan te brengen, maar daarbij blijft het nadeel bestaan van de mogelijkheid van de vorming van agglomeraten. 20

25 Gevonden werd, dat de nadelen van de bekende werkwijzen kunnen worden vermeden, wanneer men de deeltjesvormige materialen bekleedt met één of meer bekledingsmaterialen, die onder invloed van straling door een vrije-radikalen-mechanisme polymeriseerbaar zijn en vervolgens deze bekledingsmaterialen polymeriseert onder invloed van straling, die de vorming van vrije radicalen veroorzaakt. 30

Bij toepassing van de werkwijze volgens de uitvinding behoeft men geen vluchtige componenten, zoals oplosmiddelen te verwijderen. De polymerisatie van de bekledingsmaterialen geschiedt snel bij de temperatuur van de omgeving, zodat verwarming niet nodig is. Ook bij deze wijze van 35 bekleding van deeltjesvormige materialen met polymeren, die in situ op de deeltjes worden gevormd uit monomeren of polyfunctionele oligomeren, passeert men een gebied, waarin de bekleding viskeus en kleverig is. Daarbij is de periode, gedurende welke men dit kritische viskositeitsgebied passeert, echter zo klein, dat de vorming van agglomeraten en beschadiging nauwelijks plaats vindt. Deze periode is in het algemeen 40

8401362

kleiner dan 1 minuut en bedraagt in vele gevallen 0,2 tot 10, bijvoorbeeld 0,5 tot 1 seconde. Door deze buitengewoon snelle harding van de bekledingslaag kan men de bekledingswerkwijze gemakkelijk continu uitvoeren. Wanneer de bekledingslaag te dun of mechanisch onvoldoende sterk
5 blijkt, kan men de bekledingswerkwijze één of meermalen herhalen waarbij voor de verschillende bekledingslagen ook verschillende bekledingsmaterialen kunnen worden gebruikt. Op deze wijze verkrijgt niet alleen de bekledingslaag de gewenste mechanische sterkte, maar is het ook mogelijk de afgiftesnelheid van de werkzame stof uit de deeltjes te beheersen en
10 voor elke afzonderlijke werkzame stof nauwkeurig in te stellen. Door proeven kan een deskundige ten aanzien van elk te bekleden materiaal en van elk bekledingsmateriaal de optimale regulering van de afgiftesnelheid van de werkzame stof uit het deeltje bepalen.

De viskositeit van de bekledingsmaterialen, die hieronder ook als
15 lakken worden aangeduid, is zeer belangrijk. Wanneer de viskositeit te laag is, is de gebruikte lak te dun en wordt de opgebrachte laag snel beschadigd. Indien de viskositeit te hoog is, kunnen de deeltjes gemakkelijk aaneenklevan. De meest geschikte viskositeit wordt mede bepaald door de toegepaste bekledingstechniek. Absolute kwantitatieve gegevens
20 voor de viskositeit zijn dan ook moeilijk te geven. In de praktijk kan een deskundige door eenvoudige proeven de meest geschikte viskositeit bepalen. Deze kan ook worden ingesteld door mengsels van bekledingsmaterialen te gebruiken, waarbij voor elk mengsel ook hier geldt, dat het de afgiftesnelheid van de werkzame stof uit het deeltje beïnvloedt.

25 Bij het bekleden wordt om het te bekleden deeltje een netwerk gevormd. Bepalend voor de effectiviteit van het netwerk voor de gereguleerde afgifte van werkzame stof uit het deeltje zijn ondermeer de polariteit van de netvormige bekledingslaag, de starheid dan wel de beweeglijkheid van de polymeerketens in het netwerk, de wijde van de mazen in
30 het netwerk en de wijze, waarop het materiaal van het netwerk reageert op het milieu, waarin de beklede deeltjes worden gebracht. Zo vindt bijvoorbeeld bij toepassing van een bekledingslaag, die een weinig polair karakter heeft, afgifte van de werkzame stof uit het deeltje in het algemeen langzaam plaats. Wanneer de bekledingslaag een sterk polair
35 karakter heeft, vindt snellere afgifte plaats.

Bekledingsmaterialen, die onder invloed van straling door een vrije-radikalen-mechanisme polymeriseerbaar zijn, zijn bekend. Zij zijn echter nog nooit voor het onderhavige doel toegepast. Voorbeelden van bekledingsmaterialen, die bij de werkwijze volgens de uitvinding ge-
40 schikt zijn, zijn monomere of oligomere acrylaten of methacrylaten. Ge-

8401362

noemd kunnen worden urethanacrylaten, zoals die in de handel worden gebracht onder de warenmerken Ebecryl (UCB, Drogenbos, België) en Photomer (Diamond Shamrock Corp.), epoxyacrylaten, zoals die in de handel worden gebracht onder de warenmerken Ebecryl, Photomer en Laromer (BASF, Ludwigshafen, Bondsrepubliek Duitsland), VPS (Degussa, Frankfort, Bondsrepubliek Duitsland), polyesteracrylaten, zoals die in de handel worden gebracht onder het warenmerk Laromer, en polyetheracrylaten.

Voor het verkrijgen van de optimale viscositeit van het uitgangsmateriaal past men bijvoorbeeld monomere of oligomere acrylaten als verdunningsmiddel voor andere meer viskeuze acrylaten toe. Voorbeelden van deze verdunningsmiddelen zijn triisopropyleenglycoldiacrylaat, 1,6-n-hexaandioldiacrylaat en tris(hydroxymethyl)propaantriacrylaat. Deze acrylaten worden onder invloed van de straling met de erin opgeloste viskeuze acrylaten meegepolymeriseerd. In een aantal gevallen bleken zij echter ook alleen als bekledingsmateriaal te kunnen worden gebruikt. Als verdunningsmiddel is echter ook een oplosmiddel als N-vinylpyrrolidon-2 geschikt, dat onder invloed van straling met de bekledingsmaterialen meepolymeriseert of althans in de verkregen bekledingslaag geheel geïmmobiliseerd is. Deze meepolymerisatie dan wel immobilisering van de gebruikte monomeren of oligomeren is een belangrijk aspect van de werkwijze volgens de uitvinding.

Essentieel voor de gebruikte straling is, dat deze leidt tot vorming van radicalen, welke tot polymerisatie aanleiding geven. De vorming van radicalen vindt bijvoorbeeld rechtstreeks plaats door toepassing van elektronenstraling (β -straling) of γ -straling, maar kan ook door toepassing van UV-licht met behulp van een fotoïniator plaatsvinden. De stralingstechnieken zijn op zichzelf bekend. Als fotoïniatoren kunnen bijvoorbeeld bekende verbindingen worden toegepast, zoals benzilketalen, benzoienethers, acetofenonderivaten, ketoxim-ethers, benzofenon, benzil of thioxanthonen, zonodig met toepassing van coïniatoren, zoals alifatische tertiaire aminen.

De bekleding van de deeltjesvormige materialen kan continu of discontinu plaatsvinden. Men kan bijvoorbeeld de te bekleden deeltjesvormige materialen onder voorzichtig roeren mengen met de lak en vervolgens de natte korrels boven een glasfilter, waardoorheen stikstof wordt geleid, in gefluïdiseerde toestand brengen. Men kan ook de te bekleden deeltjes met behulp van een dragergas in gefluïdiseerde toestand brengen en daarna in gelijkstroom met het dragergas de voor de bekleding gebruikte lak in de gefluïdiseerde laag voeren, terwijl men het geheel vervolgens aan straling blootstelt. De met de uitgeharde lak beklede

8401362

deeltjes worden dan uit de gefluïdiseerde laag afgevoerd. Opgemerkt wordt hierbij, dat het bekleden van meststofgranulaten in een gefluïdiseerd bed op zichzelf bekend is uit het Duitse "Auslegeschrift" 1.257.801 en het Duitse "Offenlegungsschrift" 1.938.933.

5 De volgens de uitvinding te bekleden materialen kunnen in principe alle materialen zijn, waarvan het gewenst is, dat zij op gereguleerde wijze aan de omgeving worden afgegeven. Genoemd zijn reeds geneesmiddelen en kunstmeststoffen. Voorts kunnen worden genoemd andere landbouwchemicaliën, zoals herbiciden, fungiciden, nematociden, insecticiden,
10 bodemverbeteringsmiddelen en dergelijke. In vele gevallen worden geen zuivere werkzame stoffen omhuld, maar preparaten of formuleringen van deze werkzame stoffen. De vorm en afmeting van de te bekleden deeltjes is niet aan een duidelijke beperking gebonden, maar wordt bepaald door de beoogde toepassing.

15 In een aantal gevallen kan het van belang zijn, dat de afgifte van de werkzame stoffen uit het beklede deeltje niet onmiddellijk plaatsvindt. Gevonden is, dat in een aantal gevallen de beklede deeltjes een zekere inductietijd vertonen, dat is een tijd, waarin zij wel reeds in het milieu aanwezig zijn, waarin afgifte van werkzame stof moet plaatsvinden, maar waarbij nog geen afgifte plaatsvindt. Waarschijnlijk is dit
20 toe te schrijven aan het feit, dat de bekledingslaag eerst met water uit de omgeving moet worden verzadigd, voordat het oplossen van de werkzame stof uit de deeltjes kan beginnen. Inductietijden tussen 1 en 9 uren konden zonder moeite worden bereikt.

25 Het volgende voorbeeld licht de uitvinding nader toe.

Voorbeeld

Een groot aantal proeven werd uitgevoerd met betrekking tot het bekleden van kunstmestkorrels met lakken. De resultaten van deze proeven zijn vermeld in Tabel A. Bij de proeven werd gebruik gemaakt van de volgende uitgangsstoffen:
30

Kunstmest

De kunstmest bestond uit NPK 19-6-12.

35 Vergelijkingsmaterialen

Osmocote, een handelsprodukt van Sierra Chemical Europe B.V., kunstmestkorrels voorzien van een bekledingslaag op basis van drogende oliën, dicyclopentadien en maleinezuuranhydride.

40 Ebecryl 170 PA, een acrylaatderivaat met een Höppler-viscositeit

8401362

bij 25°C van 5200 mPa.s.

Verdunners

- 5 NVP, N-vinylpyrrolidon-2, gebruikelijk handelsprodukt,
 TPGDA, triisopropyleenglycoldiacrylaat, een vloeistof met een
 hydroxylgetal beneden 70, een zuurgetal beneden 1 en een
 Höppler-viscositeit bij 25°C van 10-20 mPa.s.
- 10 HDDA, 1,6-n-hexaandioldiacrylaat met een hydroxylgetal beneden 25,
 een zuurgetal beneden 1 en een Höppler-viscositeit bij 25°C
 beneden 10 mPa.s.
- OTA 480, een oligomeer triacrylaat met een molecuulgewicht van 480,
 een hydroxylgetal beneden 70, een zuurgetal beneden 1 en een
 Höppler-viscositeit bij 25°C van ongeveer 90 mPa.s.
- 15 TMPTA, trimethylolpropaantriacrylaat met een hydroxylgetal beneden
 40, een zuurgetal beneden 1 en een Höppler-viscositeit bij
 25°C van ongeveer 70 mPa.s.

Epoxy-acrylaten

- 20 Ebecryl 605, een oplossing van 75 gew.% Ebecryl 600 in TPGDA.
 Ebecryl 600 is een oligomeer op basis van een epoxy-
 acrylaat met rechte keten met een molecuulgewicht van
 500 en een Höppler-viscositeit bij 60°C van 4000
 mPa.s.
 Ebecryl 605 heeft een Höppler-viscositeit bij 25°C van
 25 7500 mPa.s.
- Ebecryl 1608, een oplossing van 80 gew.% Ebecryl 600 in OTA 480 met
 een Höppler-viscositeit bij 60°C van 1000 mPa.s.
- 30 VPS 1960, een voorpolymeerhars op basis van geëpoxydeerde soja-
 bonenolie met een zuurgetal beneden 20, een molecuul-
 gewicht van 1200 en een viscositeit bij 25°C van 25000
 mPa.s.
- Photomer 3049, een met vetzuur gemodificeerde aromatische epoxy-
 acrylhars met een zuurgetal van 2 en een viscositeit
 bij 60°C van 4000 mPa.s.

35

Urethanacrylaten

- 40 Ebecryl 204, een oplossing van 75 gew.% van een aromatisch ure-
 thanacrylaat in HDDA met een Höppler-viscositeit bij
 25°C van 17000 mPa.s en een molecuulgewicht van
 2000.

8401362

- Ebecryl 210, een aromatisch urethanacrylaat met rechte keten, een Höppler-viscositeit bij 60°C van 3500 mPa.s en een molecuulgewicht van 1500.
- Ebecryl 284, een oplossing van 88 gew.% van een alifatisch urethanacrylaat in HDDA met een Höppler-viscositeit bij 25°C van 7500 mPa.s en een molecuulgewicht van 1200.
- Photomer 4094, een alifatisch trifunctioneel urethanacrylaat met een viscositeit bij 25°C van 100 mPa.s en een zuurgetal van 0,5.
- Photomer 4127, een alifatisch difunctioneel urethanacrylaat met een hydroxylgetal van 40, een zuurgetal van 0,5 en een viscositeit bij 25°C van 14-20 mPa.s.
- Photomer 4149, een alifatisch trifunctioneel urethanacrylaat met een zuurgetal van 0,5 en een viscositeit bij 25°C van 70-85 mPa.s.

Polyesteracrylaat

Laromer PE 55 F, een polyesteracrylaat met een viscositeit van 30000-50000 mPa.s en een zuurgetal beneden 5.

Polyetheracrylaat

- Een polyetheracrylaat met twee eindstandige acrylaatgroepen, waardoor het verknoopbaar is via radicaalpolymerisatie, werd bereid door acrylering van een polyetherdiol, dat één blok polypropyleenoxide bevatte, met aan weerszijden een blok polyethyleenoxide. Het molecuulgewicht van het polypropyleenoxideblok bedroeg 1750 en van de polyethyleenoxideblokken in totaal 250, zodat het totaal molecuulgewicht 2000 bedroeg. Het beschreven polyetherdiol is in de handel verkrijgbaar onder het warenmerk Pluriol PE 6100 (BASF, Ludwigshafen, Bondsrepubliek Duitsland).

Vloeimiddel

- Ebecryl 350, een polysiloxandiacrylaat met een Höppler-viscositeit bij 25°C van ongeveer 250 mPa.s en een zuurgetal beneden 1.

Ebecryl is een ingeschreven warenmerk van UCB, Drogenbos, België.

VPS is een ingeschreven warenmerk van Degussa, Frankfort, Bondsrepubliek Duitsland.

- Photomer is een ingeschreven warenmerk van Diamond Shamrock Cor-

poration.

Laromer is een ingeschreven warenmerk van BASF, Ludwigshafen, Bondsrepubliek Duitsland.

Alle bij de proeven gebruikte laksamenstellingen bevatten 4 gew.%
5 van de foto-initiator Irgacure 651 (ingeschreven warenmerk van Ciba-Geigy te Bazel), benzidimethylketaal.

Bij alle proeven werden de kunstmestkorrels als volgt met de lak bekleed. De lak werd onder voorzichtig roeren aan de korrels toegevoegd. Vervolgens werden de natte korrels op een glasfilter, waardoorheen stik-
10 stof werd geleid, in gefluidiseerde toestand gebracht. In deze gefluidiseerde toestand werden zij gedurende 3 minuten belicht met een 240 Watt solarium. De gefluidiseerde toestand treedt pas op, nadat de lak gedeeltelijk is uitgehard. In een aantal gevallen is de bekleding met de lak op de beschreven wijze één of meermalen herhaald om de invloed van be-
15 schadigingen van de lakbekleding tot een minimum te beperken. De dikte van de laklaag is aangegeven in tabel A.

Na de bekleding van de kunstmestkorrels met de lak werd de afgiftesnelheid van de kunstmest uit de korrels gemeten via de geleidbaarheid bij 20°C. Daartoe werd met behulp van een slangenpomp continu 150 ml
20 water met een snelheid van 35 ml per minuut gepompt door een bed met 30 g korrels en door de meetcel van een geleidbaarheidsmeter, waarbij de geleidbaarheid continu werd geregistreerd. De afgiftesnelheid is de gemiddelde oplossnelheid, gemeten in de periode na de inductietijd, totdat 50% van de oorspronkelijk in de korrels aanwezige kunstmest is opgelost.
25 De afgiftesnelheid wordt aangegeven als het gewicht van de per minuut opgeloste kunstmest, uitgedrukt in procenten van het gewicht van de aanvankelijk in de korrels aanwezige kunstmest.

Uit tabel A blijkt, dat de afgiftesnelheid van niet beklede kunstmest groot is, zoals uiteraard te verwachten was. De Osmocotekorrels, al
30 dan niet voorzien van een extra laklaag, vertonen een zeer lage afgiftesnelheid.

De toegepaste epoxyacrylaatlakken zijn zelf zo viskeus, dat zij slechts bij toepassing van een reactieve verdunner, die geheel wordt gemobiliseerd bij het uitharden, kunnen worden toegepast. Uit de proeven
35 E1, E2, E3 en E4 blijkt de invloed van de viscositeit van de lak op de kwaliteit van de uitgeharde enkelvoudige laklaag. Bij toepassing van een te dunne lak (proef E1) en bij toepassing van een te dikke lak (proef E4) was de afgiftesnelheid te groot door lakbeschadiging. Bij een meer geschikte viscositeit (proeven E2 en E3) was de lak minder beschadigd,
40 wat tot uitdrukking komt in een veel lagere afgiftesnelheid.

8401362

Uit de proeven E5, E6, E7, E8 en E9 blijkt, dat na het bekleden van de kunstmestkorrels met drie laklagen deze korrels een vrij aanzienlijke inductietijd vertonen, waarbij echter de afgiftesnelheid groter is dan die van de Osmocote-korrels, waarbij de inductietijd echter nul is.

5 Bij toepassing van bekledingen op basis van urethanacrylaten blijkt, dat de toepassing daarvan tot zeer verschillende afgiftesnelheden en inductietijden leidt. Met name bij proeven U9, U10, U11, U12, U13 en U14 werden lage afgiftesnelheden gerealiseerd. Het gehalte aan acrylaat was daarbij echter hoger dan het gehalte aan acrylaat in de toege-
10 paste epoxyacrylaatlakken. In deze gevallen is echter niet altijd sprake van het optreden van een inductietijd.

De proeven U12 en U13 laten voorts zien, dat men ook laklagen van verschillende typen kan opbrengen om de inductietijd en om de afgiftesnelheid te reguleren. Proef U14 geeft een voorbeeld van een afgiftesnelheid, die bijna gelijk is aan die van vergelijkingsmateriaal V2.

Uit proef U13 blijkt, dat bij toepassing van een vloeimiddel (Ebecryl 350) een deklaag met een zeer lange inductietijd werd gevormd, waarbij de afgiftesnelheid echter weer iets hoger was.

Bij toepassing van het polyesteracrylaat PE 55 F blijkt, dat na 350
20 minuten de afgiftesnelheid snel toeneemt, n.l. van ongeveer 0,02 tot ongeveer 0,07.

Uit de proeven D1, D2, D3 en D4 blijkt, dat ook bij toepassing van uitsluitend verdunners als lakgrondstof zeer acceptabele afgiftesnelheden en interessante inductietijden kunnen worden verwezenlijkt. Daar-
25 uit blijkt ook, dat bij toepassing van HDDA in plaats van TPGDA als verdunningsmiddel bij de proeven met epoxyacrylaatlakken en urethanacrylaatlakken een lagere afgiftesnelheid kan worden gerealiseerd dan in tabel A bij de desbetreffende proeven is aangegeven.

Uit tabel A blijkt duidelijk, dat het voor een deskundige mogelijk
30 is door het doen van eenvoudige proeven voor elk geval afzonderlijk een optimale bekleding te vinden.

Tabel A Invloed van de samenstelling van de laklaag op kunstmestkorrels op de inductietijd en de afgifte*
snelheid van deze korrels.

* Alle laklagen bevatten 4 gew.% fotoinitiator.

I Vergelijkingsmaterialen.

Proef		Laagdikte μm	Inductietijd minuten	Afgifte* snelheid
V1	Niet beklede kunstmest	0	0	20
V2	Osmocote	50	0	0,005
V3	Osmocote + Ebecryl 170 PA (0,033 g lak / g kunstmest)	60	0	0,00314

II Epoxyacrylaten

Proef	type	gehalte gew.%	Verdunner	gehalte gew.%	Aantal bekle* dings* trappen	Belading g lak / g kunst* mest	
E1	Ebecryl	605 25	NVP	71	1		10
E2	Ebecryl	605 61	NVP	35	1		10
E3	Ebecryl	605 79	NVP	17	1		10
E4	Ebecryl	605 87	NVP	9	1		10
E5	VPS	1960 24	TPGDA	72	3	0,10	50
E6	VPS	1960 48	TPGDA	48	3	0,10	50
E7	Ebecryl	1608 24	TPGDA	72	3	0,10	50
E8	Ebecryl	1608 48	TPGDA	48	3	0,10	50
E9	Photomer	3049 48	TPGDA	48	3	0,10	50
							75
							220
							150
							200
							160
							8,0
							0,9
							0,8
							7,0
							0,07
							0,056
							0,063
							0,063
							0,049

Tabel A vervolg

III Urethan-acrylaten

U1	Photomer 4127	78,5	NVP	17,5	2	0,033	10	2	1,33
U2	Photomer 4127	78,5	NVP	17,5	1	0,033	10	2	0,8
U3	Photomer 4127	96			1	0,050	10	2	0,9
U4	Photomer 4127	96			2	0,033	15	20	0,16
U5	Photomer 4127	96			3	0,033	10	20	0,16
U6	Photomer 4094	96			3	0,033	10	12	0,19
U7	Photomer 4149	96			3	0,033	10	5	0,41
U8	Photomer 4149	96			3	0,050	15	6	0,21
U9	Ebecryl 210	64	TPGDA	32	3	0,10	50	0	0,018
U10	Ebecryl 204	64	TPGDA	32	3	0,10	50	0	0,01
U11	Ebecryl 284	64	TPGDA	32	3	0,10	50	0	0,0086
U12	Ebecryl 284	78	TPGDA	18	1	0,033	50	50	0,014
	VPS	1960	TPGDA	18	+	0,066			
U13	Ebecryl 284	78	TPGDA	18	2	0,033	50	500	0,020
	VPS	1960	TPGDA	16	+	0,066			
U14	Ebecryl 284	78	Ebecryl 350	2	2	0,10	50	0	0,006
			HDDA	18	3	0,10	50		
IV Diversen									
P1	PE 55 F	72	TPGDA	24	3	0,10	50		0,052
P2	Polyether-acrylaat	78	HDDA	18	4	0,10	50	120	0,028
D1	TPGDA	96			3	0,033	15	16	0,15
D2	TPGDA	96			3	0,10	50	60	0,10
D3	TMPTA	96			4	0,11	50	25	0,15
D4	HDDA	96			3	0,10	50	125	0,048

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het met een polymeer omhullen van deeltjesvormige materialen teneinde de gereguleerde afgifte van deze materialen aan de
5 omgeving mogelijk te maken, met het kenmerk, dat men de deeltjesvormige materialen bekleedt met één of meer bekledingsmaterialen die onder invloed van straling door vrije-radikalen-mechanisme polymeriseerbaar zijn, en vervolgens deze bekledingsmaterialen polymeriseert onder invloed van straling, die de vorming van vrije radicalen veroorzaakt.
- 10 2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men als bekledingsmaterialen monomere of polyfunctionele oligomere acrylaten of methacrylaten gebruikt.
3. Werkwijze volgens conclusie 2, met het kenmerk, dat men urethanacrylaten, epoxyacrylaten, polyesteracrylaten en/of polyetheracrylaten
15 gebruikt.
4. Werkwijze volgens één of meer der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat men mengsels van meer viskeuze en minder viskeuze bekledingsmaterialen gebruikt.
5. Werkwijze volgens één of meer der voorafgaande conclusies, met
20 het kenmerk, dat men elektronenstraling, gamma-straling of UV-licht gebruikt.
6. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk, dat men UV-licht toepast en aan het bekledingsmateriaal een fotoïniator toevoegt.
7. Werkwijze volgens één of meer der voorafgaande conclusies, met
25 het kenmerk, dat men het polymeer op de deeltjes vormt, terwijl zij zich in gefluïdiseerde toestand bevinden.
8. Werkwijze volgens één of meer der voorafgaande conclusies, met het kenmerk, dat men deeltjesvormige geneesmiddelen of landbouwchemicaliën, al dan niet in de vorm van preparaten of formuleringen, bekleedt.
- 30 9. Deeltjesvormig materiaal, met een polymeer omhuld volgens één of meer der voorafgaande conclusies.

8401362