

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU 268 520

K PATENTU

(21) PV 3557-85.H
(22) Přihlášeno 17 05 85
(30) Právo přednosti 18 05 84 US
(611583)

(40) Zveřejněno 13 06 89
(45) Vydáno 07 11 90

(11)

(13) B2

(51) Int. Cl. ⁴
B 05 B 12/08

(72) Autor vynálezu

SPARKS ROBERT EDWARD, KIRKWOOD
MASON NORBERT SIMON, CLAYTON (US)

(73) Majitel patentu

WASHINGTON UNIVERSITY
ST. LOUIS (US)

(54)

Způsob povlékání nebo zapouzdřování
pevných částic nebo viskózních kapének

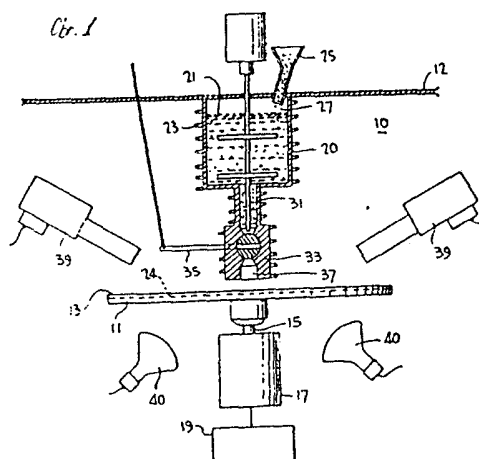
(57) Pevné částice nebo viskózní kapalně kapénky jádrového materiálu jsou enkapsulovány v povlakovém materiálu převážně jako jednotlivé částice s jednotlivým souvislým povlakem přiváděním suspenze těchto dvou materiálů na rotující povrch. Suspenze je odstředivě rozptýlována rotujícím povrchem na jednak poměrně velké povlečené částice a jednak na poměrně malé kapénky povlakového materiálu, jejichž velikost lze stanovit s využitím vzájemné závislosti rozhodujících parametrů povlékání podle empirického vzorce:

$$\bar{x} = \frac{(1,4 \times 10^4) \cdot M_L^{0,24} \cdot V^{0,1}}{N \cdot d^{0,83} \cdot d^{0,12} \cdot 15}$$

kde

$\bar{x}$ = střední průměr menších kapének povlakového materiálu v mikrometrech,
 M_L = množství přiváděné suspenze v kg/hodina,
 N = rychlost otáčení rotující plochy (počet otáček za minutu),
 d = průměr dráhy rotujícího kotouče v m, na niž je přiváděna suspenze a
 V = viskozita v centipoise.

Ztužené kapénky nevyužitého povlakového materiálu lze proto pro jejich menší rozměry oddělit a recyklovat je znovu do suspenze.



Vynález se týká způsobu povlékání nebo zapouzdřování pevných částic nebo viskózních kapének. Zejména se vynález týká zdokonalení těchto zapouzdřovacích postupů.

Povlékání anebo zapouzdřování pevných částic nebo kapének jsou v širokém rozsahu používány pro ochranu povlečených látek proti účinkům ovzduší nebo/a pro regulaci doby jejich uvolnění nebo/a pro dodání zlepšených vlastností pro manipulaci s nimi. Typickými produkty, které jsou povlékány nebo zapouzdřovány jsou léčiva, pesticidy, barviva a pod.

Je známo mnoho postupů pro povlékání nebo zapouzdřování. Tyto postupy však vykazují některé nevýhody jako jsou vysoké náklady, nepoužitelnost pro povlékání částic o menším průměru než 200 mikrometrů, složitost, dlouhá doba kontaktu mezi jádrem a povlékacími materiály před ztuhnutím povlékacího materiálu, nemožnost dosáhnout smočení a povlečení částic jádra žádaným povlékacím materiálem, nedostatečné oddělení nepotřebného povlékacího materiálu od povlečených částic a neefektivní využití povlékacího materiálu. Dále je u mnohých těchto postupů závažná tendence povlečených částic k aglomeraci a omezený výběr obalových materiálů. Většina známých postupů je nevýhodná pokud jde o náklady, protože to jsou šaržové postupy, které lze těžko realizovat ve velkoprovozním měřítku, a dále též proto, že je při nich zapotřebí používat při povlékání rozpouštědla a nelze při nich používat roztavených povlékacích materiálů, které nevyžadují odstranění rozpouštědla nebo nejsou spojeny s potížemi při manipulaci.

V literatuře již bylo popsáno mnoho pokusů k dosažení povlékacích postupů, které by byly prosty shora uvedených nevýhod. Například je popsáno otočné zařízení opatřené radiálně uloženými potrubími, z nichž vystupují radiálně směrem ven do zásobníku materiálu duté jehly. Při rychlém otáčení zařízení je kapalným jádrovým materiálem protlačován vlivem odstředivé síly potrubími a jehlami. Na vzdálenějších koncích jehel je kapalným jádrovým materiálem formován do kapének, které jsou odstředivou silou vrhány do vrstvy gelujícího materiálu, která se vytváří vlivem odstředivých sil na vnější stěně zásobníku. Kapénky kapalného jádrového materiálu se tím zapouzdřují gelujícím materiálem. Tento postup vyhovuje dobře pro zamýšlený účel. Je však omezen pro použití kapalného materiálu jako jádra, tj. nemůže být použit pro zapouzdření pevných částic a minimální velikost kapénky, která může být povlečena, závisí na vnitřním průměru jehly. Pokud se týká tohoto omezení, je třeba počítat v praxi s omezením minimálního rozměru jehly, zejména pokud jí musí protékat viskózní jádrové kapaliny.

Je známo zařízení, ve kterém je uložen otočný kotouč nebo stůl pod přírodním potrubím, kterým je přiváděn kašovitý povlékací materiál. Kašovitá hmota se rozprostírá po povrchu otáčejícího se kotouče a vytváří na něm tenký povlak povlékacího materiálu. Na tento povlak na povrchu kotouče se nechá dopadat prstencovitý proud pevných granulí, které se povlékají povlékacím materiálem. Povlečené granule jsou shazovány nebo se nechávají spadnout z otáčejícího se kotouče a jsou ztužovány suchým teplým plynem, směřujícím na padající granule. Druhý prstencovitý proud granulí je veden na otáčející se film, aby se odsál nespotřebovaný film a zajistilo se jeho úplné využití. Tento postup rovněž vyhovuje pro vymezený účel, totiž povlékání granulí, například solí, aditiv. Nelze jej však použít k povlékání kapének. Kromě toho, protože granule ve vnějším odsávacím proudu nemohou být povlečeny ve stejném rozsahu jako granule ve vnitřním prstencovitém proudu, není možno tímto postupem docílit stejnoměrného povlečení všech granulí. Proto se tento postup lépe hodí pro dispergování aditiv na povrch granulí nežli pro povlékání částic.

Dále je znám způsob mikroenkapsulace pevných částic, který spočívá v tom, že se vytvoří zředěná suspenze částic ve zředěném roztoku pryskyřičného povlékacího materiálu v tekavé kapalině, tato suspenze se nechá dopadat na rychle se otáčející kotouč, čímž se zředěná suspenze disperguje ve formě postřiku sestávajícího z rozprášeného povlékacího roztoku a mikroenkapsulovaných částic, načež se postřik vystaví působení páry při teplotách vyšších než je teplota varu rozpouštědla povlaku, takže nepotřebné kapalně rozpouštědlo

vytéká a zůstanou povlečené částice plus částice čistého povlaku téže velikosti. Tento postup však vyžaduje ke zpracování roztok s velmi nízkým procentuálním obsahem částic,

které mají být povlečeny, předpokládá nutnost odstranění velkého množství nespotřebované zpracovávané kapaliny při vysoké teplotě odpařením a neumožňuje oddělení vytříděním podle velikosti povlečených částic od částic samotného povlékacího materiálu.

Uvedené nevýhody odstraňuje zdokonalený způsob podle vynálezu týkajícího se povlékání nebo zapouzdřování jednotlivých složek jádrového materiálu povlakovým materiálem, který je méně viskózní nežli jádrový materiál a tuhý při normálních teplotách místnosti, ale kapalný při vyšších teplotách, při kterých je prováděno povlékání anebo ve formě roztoku během procesu povlékání. Podstata vynálezu spočívá v tom, že jednotlivé složky jádrového materiálu, mající formu pevných částic, shluku tvořených granulací nebo tvořící za normální teploty místnosti kapénky nerozpustné v povlakovém kapalném materiálu se v něm rozpustí na suspenzi, suspenze se odstředivě rozdělí jednak na kapénky čistého povlakového materiálu a jednak na jednotlivé složky uvedeného jádrového materiálu, zapouzdřeného uvedeným povlakovým materiálem, jednotlivé povlečené složky se ochladí nebo se z nich odstraní rozpouštědlo a získá se převážná část nevyužitého povlakového materiálu ve formě kapének o předem stanovené menší velikosti nežli je velikost jednotlivých složek jádrového materiálu, což se děje využitím vzájemné závislosti rozhodujících parametrů povlékání podle empirického vzorce:

$$\bar{x} = \frac{(1,4 \times 10^4) \cdot M_L^{0,24} \cdot v^{0,1}}{N \cdot d^{0,83} \cdot \eta^{0,12}} \cdot \frac{1}{15},$$

kde

$\bar{x}$ = střední průměr menších kapének povlakového materiálu v mikrometrech,

M_L = množství přiváděné suspenze v kg/hodina,

N = rychlost otáčení rotující plochy . počet otáček za min.,

d = průměr dráhy rotujícího kotouče v m, na niž je přiváděna suspenze,

η = viskozita v centipoise.

S výhodou jsou výsledné menší kapénky nevyužitého povlakového materiálu a větší kapénky zapouzdřeného jádrového materiálu vystaveny odstředivé síle nebo jsou prosévány a oddělené kapénky nevyužitého obalového materiálu se recyklují.

Ve výhodném řešení kapénky zapouzdřeného jádrového materiálu obsahují po jednom kusu jádra.

Dalším výhodným řešením je, že se zapouzdřují jádrové částice až do velikosti průměru 2 mm.

V dalším výhodném řešení jádrový materiál nebo jeho složky reagují s povlakovým materiálem nebo jeho složkami před ztuhnutím povlakového materiálu.

Je také možné, aby v další fázi byl povlečený jádrový materiál vnesen do chemické tvrdící lázně.

Výhodou způsobu proti již známým řešením je, že výchozím materiálem je suspenze, kde jádrovým materiálem jsou pevné částice, shluky tvořené granulací nebo kapénky.

Další výhodou je okolnost, že jako zapouzdřovací materiál se používá vedle roztoku termoplastického, polymerického nebo pryskyřičného materiálu v prchavé organické kapalině navíc také tuhý zapouzdřovací materiál za normální teploty, který se roztaví při vyšších teplotách, za nichž se provádí zapouzdřování a rozptýlení odstředivou silou.

Ve srovnání se známými technologiemi se rozptýlení zapouzdřovacího materiálu při způsobu podle vynálezu děje rotující plochou, která sama a její okolí je ohřívána horkým vzduchem nebo indukčním ohřevem, pokud zapouzdřovací materiál je v roztoku nebo zahřívání odpadá, pokud zapouzdřovací materiál je taveninou.

Další výhodou způsobu podle vynálezu oproti dosud známým řešením je skutečnost, že je používán zapouzdřovací materiál v mnohem větší koncentraci, a to cca 20%, čímž dochází k úspoře na rozpustidle. Ještě více tato hospodárnost způsobu podle vynálezu vynikne při

jeho srovnání se známými způsoby co do hustoty používané suspenze (zapouzdřovací materiál a jádrový materiál v rozpustidle), kde při způsobu podle vynálezu vychází hustota suspenze cca 45 %. Způsob podle vynálezu je tedy mnohem hospodárnější, krom toho, lze zapouzdřovat roztaveným materiálem bez jakéhokoli rozpustidla.

Při dosavadním způsobu není prakticky možné zapouzdřovat velké jádrové částice jako jsou např. částice o průměru 2 mm. Atomizované tekuté kapénky by musely být asi 8 mm v průměru při předepsané řidkosti suspenze a čas potřebný pro vypařování rozpustidla v tak velkém objemu by vyžadoval nerealné zařízení, které by bylo schopno zajistit vypařování rozpustidla po potřebnou dobu.

Vyššího účinku oproti dosavadním řešením se způsobem podle vynálezu podařilo vhodným vzájemným usměrněním parametrů celé operace zajistit tak, že výsledné kapénky, obsahující zapouzdřeny jádrový materiál, jsou podstatně větší než kapénky nevyužitého obalového materiálu, takže je lze odstředivou silou a/nebo proséváním snadno oddělit a nevyužitý obalový materiál znovu použít pro operaci. Navíc výsledné kapénky, obsahující zapouzdřeny jádrový materiál obsahují vždy po jednom zrně jádrového materiálu a nevznikají shluky jader obalených obalovým materiálem.

Tyto a jiné účely, znaky a výhody vynálezu budou lépe pochopeny z následujícího po drobného popisu s přihlédnutím k přiloženým výkresům, z nichž

obr. 1 představuje schematické znázornění zařízení pro provádění způsobu podle vynálezu,

obr. 2 až 5 představují schematické znázornění jiných zařízení pro provádění způsobu podle vynálezu,

obr. 6 znázorňuje schematicky nárys rotačního rozdělovacího prvku, přičemž ukazuje jeho účinek na kapalnou suspenzi, je-li použit podle vynálezu,

obr. 7 ukazuje schematicky půdorys prvku znázorněného v obr. 6,

obr. 8 je podobný pohled jako obr. 7, ale znázorňující jiný typ rotačního rozdělovacího prvku,

obr. 9, 10, 11 a 12 ukazují schematicky známé produkty, vyrobené metodou na principu rozstříkávání a sušení, obsahující povlečené částice, přičemž tyto obrázky znázorňují po sobě následující stupně povlékacího procesu,

obr. 13, 14, 15 jsou schematické pohledy na jiná rotační rozdělovací zařízení použitelná k provedení vynálezu.

Jak patrně z obr. 1, slouží k provádění způsobu podle vynálezu uzavřená rozstříkací komora 10, z níž je v obr. 1 znázorněna pouze vrchní stěna 12. V komoře 10 je upraven otočný kotouč 11 nebo stůl s horní stranou 13, které mohou být uloženy horizontálně. Otočný kotouč 11 je otáčen kolem své centrální vertikální osy regulačním motorem 17 pomocí hnacího hřídele 15. Regulator 19 otáček umožňuje nastavení rychlosti otáčení kotouče 11.

Regulator 19 a motor 17 mohou být podle daných okolností uloženy uvnitř nebo vně komory 10. Kotouč 11 může být uložen nad motorem nebo pověšen pod motorem s příslušnou úpravou přívodních potrubí, držáku a pod.

Jako zásobník pro roztavený nebo rozpuštěný povlakový materiál 21 slouží nádrž 20 vyhřívána například topnou spirálou 23, uloženou kolem obvodu nádrže 20, k udržení povlakového materiálu 21 v roztavené nebo rozpuštěné formě. Povlakový materiál 21 může být přiváděn do nádrže 20 v roztavené formě a může být v tomto stavu udržován pomocí topné spirály nebo může být též přiváděn do nádrže 20 v pevné formě a roztaven teplem získaným topnou spirálou 23. V obou případech je povlakový materiál 21 v nádrži 20 v tekutém stavu. V otvoru komory 10 je upravena přívodní nálevka 25 k dodávání jednotlivých částic 27 jádrového materiálu, například pevných částic jádrového materiálu, které mají být povlečeny, do nádrže 20. V případech, kde je jádrový materiál ve formě kapének viskózní kapaliny, může být nálevka 25 nahrazena kapací trubičkou, ústrojím pro přívod emulze a pod. Do komory 10 a nádrže 20 zasahuje míchací mechanismus, který je ovládán regulačním motorem 30, uloženým vně nádrže 20. Míchadlo 22, hnané motorem 30, disperguje pevné částice 27 nebo kapalně

kapénky jádrového materiálu v roztaveném povlakovém materiálu 21. Tím se vytvoří kaše nebo suspenze obou materiálů v nádrži 20. Tato kaše nebo suspenze je vedena samospádem průchodem 31, který navazuje na dno nádrže 20, ku kulovému ventilu 33. Tento kulový ventil 33 je selektivně ovladatelný zevně komory 10 pomocí ovládací tyče 35 tak, aby byla regulována rychlost průtoku suspenze kulovým ventilem 33. Je třeba poznamenat, že topná spirála 23 je uložena tak, aby zahřívala suspenzi, když tato prochází průchodem 31 a kulovým ventilem 33, čímž je zajištěno, že povlakový materiál zůstane v roztaveném stavu v těchto částech zařízení. Výpustný kanálek 37 z kulového ventilu 33 je uložen přímo nad osovým středem horní strany 13 kotouče 11, takže suspenze je přiváděna v podstatě podél osy otáčení kotouče 11.

Prostor nad horní stranou 13 kotouče 11 je vyhříván např. skloněnými průmyslovými teplomety 39 k udržení horní strany 13 kotouče 11 na dostatečně vysoké teplotě, aby povlakový materiál v suspenzi zůstal v roztaveném stavu. Dodatečné teplo je dodáváno na spodní stranu kotouče 11, např. pomocí infrazářičů 40. Zahřívání může být provedeno mnoha způsoby, např. přehřátým vzduchem, parou, zářivou energií, indukčním ohřevem atd.

Horní strana 13 kotouče 11 může být hladká nebo může být opatřena šikmo uloženými, radiálně vedenými drážkami 24 nebo vystupujícími žebry, aby byly vytvořeny cestičky pro materiál ukládaný na horní straně 13 kotouče 11 z kulového ventilu 33. Drážkované nebo žebrované povrchy jsou výhodné, jsou-li částice, které mají být povlečeny, malé, např. menší než 200 mikrometrů v průměru a povlak je viskózní, protože mohou vytvořit jemnější částice z nepotřebovaného kapalného povlakového materiálu než-li hladké povrchy při téže rychlosti otáčení.

V provozu se povlakový materiál 21 v kapalně nebo kašovité formě uloží do nádrže 20. Je-li povlakovým materiálem 21 vosk, roztaví se vosk zahřátím. Je-li použito polymerního povlakového materiálu, může se tento popřípadě rozpustit v rozpouštědle. Povlaková kapalina může obsahovat emulgované nebo suspendované částice, jsou-li tyto požadovány v konečné stěně nebo povlaku na jádrové částici. Jádrovým materiálem musí být pevné částice, granulované agregáty jemných částic nebo kapénky kapaliny viskóznější než je kapalný povlakový materiál 21. Tyto částice 27 nebo kapénky by měly mít výhodně, však ne nutně poměrně úzké rozložení velikosti. Po přivedení kapének 27 nebo částic do kaše povlakového materiálu 21 může být uvedeno do chodu míchadlo 29 s motorem 30, aby se částice 27 dispergovaly v povlakovém materiálu 21. Když jsou částice 27 řádně dispergovány (a to lze uskutečnit v kontinuálním procesu), uvede se do chodu motor 17 pohánějící kotouč a nastaví na žádanou rychlost regulátorem 19 otáček. Žádaná rychlost bude v první řadě záviset na velikosti menších částic přebytečného povlakového materiálu, které se mají vytvořit, jak bude dále popsáno. Pak se uvede do činnosti ovládací tyč 35 kulový ventil 33 tak, aby suspenze mohla přitékat na horní stranu 13 kotouče 11. Kulový ventil 33 je pomalu otevírán, až se dosáhne žádané průtokové rychlosti. Odstředivá síla, působící na suspenzní materiál, jakmile tento narazí na horní stranu 13 kotouče 11 způsobuje, že je materiál vrhán radiálně ven po horní straně nebo drážkách 24. To má za následek rozptýlení suspenze jednak na částice 27 smočené povlakovou kapalinou a jednak na menší kapénky povlakové kapaliny, které neobsahují jádrové částice 27. Zahříváním oblasti obklopující kotouč 11 se udržuje povlakový materiál v kapalném stavu na horní straně 13 kotouče 11. Když však je materiál shozen nebo spadne z kotouče 11, padá materiál suchým chladnějším vzduchem, který způsobuje, že povlakový materiál ztuhne ochlazením nebo vysušením. Ztuhlé malé kapénky přebytečného povlakového materiálu a jádrový materiál povlečený ztuhlým povlakovým materiálem padají ke dnu komory během procesu tuhnutí. K oddělení povlečených částic od menších částic čistého povlakového materiálu lze použít prosévání nebo jiných dělicích postupů. Menší částice povlakového materiálu pak mohou být recyklovány do procesu tím, že se tyto částice přivedou do nádrže 20. Většina původně suspendovaných částic je povlečena samostatně a stejnoměrně, čehož je dosaženo tím, že původní částice 27 jádrového materiálu byly pečlivě dispergovány v povlakovém materiálu dříve než byla suspenze přivedena na otáčející se kotouč. Tloušťku povlaku lze měnit zejména změnou viskozity povlakové kapaliny,

avšak též úpravou rychlosti přívodu suspenze ke kotouči, změnou rychlosti otáčení kotouče, změnou průměru kotouče nebo změnou počtu drážek nebo žeber.

Způsob podle vynálezu je možno realizovat jako kontinuální proces, přivádí-li se povlaková kapalina 21 a částice 27 do nádrže 20 kontinuálně. Nekonečný pásový dopravník upravený ve dně komory 10 sbírá částice a vede je k řadě sít, která roztrídí povlečené částice a menší částice čistého povlakového materiálu. Tyto mohou být dopraveny přímo do nádrže 20, zatímco s povlečenými částicemi lze manipulovat libovolným způsobem. Nebo je možno všechny částice dopravit pneumaticky do cyklónu, sít nebo do pytlového filtru k oddělení menších kapének přebytečného povlakového materiálu, které se mají recyklovat.

Jak již bylo dříve poznamenáno, jsou parametry procesu specifickým způsobem regulovány tak, aby se dosáhlo rozdělení kapalně suspenze pomocí kotouče na povlečené částice (obvykle to budou jednotlivě povlečené částice), pokud proces není prováděn tak nízkou rychlostí, že malá část částic zůstane ve formě dubletů nebo tripletů, nebo - pokud je velký rozdíl ve velikosti výchozích částic - jsou menší jádrové částice zachyceny uvnitř větších částic a kapénky přebytečného povlakové kapaliny o podstatně menší velikosti než povlečené částice. Účinek otočného kotouče na suspenzi k němu přiváděné je jasně znázorněn na obr. 6 až 8. Jak je zřejmé, je povlaková kapalina 21 v suspenzi postupně odtahována z jádrových částic 27 a vytváří kapalnou vrstvu na kotouči při pohybu suspenze ze středu směrem k obvodu kotouče, přičemž se postupně zmenšuje tloušťka kapalného filmu nebo vrstvy, až se nakonec oddělí přebytečná kapalina od částic 27, na částicích 27 zůstane povlaková vrstva 27a a přebytečný povlakový materiál se rozptýlí ve formě postříku malých kapének 21a, vytvořených z tenkého povlakového filmu. Obr. 6, 7 znázorňují tento účinek pro kotouč s hladkou horní stranou a obr. 8 znázorňuje tento účinek pro drážkovaný kotouč. Velikost rozprášených kapének přebytečného povlakového materiálu má malý vztah k velikosti pevných povlečených částic, avšak závisí spíše na rozložení filmu a charakteristice rozprášení kapalného povlaku samotného. Jádrové částice se naproti tomu pohybují úplně jiným mechanismem, nikoliv rozložením do tvaru filmu, ale jednoduše tak, že jsou vrhány skrze nebo podél filmu povlakového materiálu a opouštějí obvod kotouče s malým množstvím ulpělého povlakového materiálu.

Obr. 12 ukazuje typický produkt způsobu podle vynálezu, jak je tento rozstříkovaný nebo vypuzovaný z rotujícího povrchu. Jak je zřejmé, sestává produkt z jádrových částic 27 v podstatě stejně velkých, které jsou opatřeny kapalnou povlakovou vrstvou 27a a kapének 21a přebytečného nespotebovaného povlakového materiálu 21, které jsou podstatně menší než-li povlečené částice a které mají rozdělení velikostí typické pro to, jaké je předpokládáno pro jednoduché rozprášení čisté povlakové kapaliny. Produkt znázorněný na obr. 12 je zřetelně rozdílný od typických produktů známých způsobů, které používají rotačního kola nebo podobně k rozptýlení suspendovaných částic. Obr. 9, 10, 11 znázorňují produkt typického známého procesu (na bázi rozstříkování a sušení), u něhož jsou částice uloženy v kapénkách kapaliny obsahující rozpouštědlo vytvořením kaše částic v kapalině a vytvořením kapének kaše přiváděním kaše do rotačního kola nebo podobně. Jak je patrné z obr. 9, obsahuje produkt, když opouští kolo, částice 27 s kapalným povlakem 127a a oddělené kapénky 121 přebytečného povlakového materiálu. Je však zřejmé, že zde není výrazné rozlišení velikosti, jako u produktů vytvořených způsobem podle vynálezu, mezi povlečenými částicemi, (které jsou obvykle povlečeny ve shlucích, některé však jsou povlečeny jednotlivě) a kapénky přebytečného povlakového materiálu. Je zde tedy velký počet kapének 121, které jsou srovnatelně velké s povlečenými částicemi, na rozdíl od produktů vytvořených způsobem podle vynálezu, kde jsou kapénky převážně značně menší než povlečené částice a většina velkých částic je povlečena odděleně. Následující odstranění přebytečných kapének povlakového materiálu proséváním, odstřeďováním nebo podobně je proto podle vynálezu jednodušší než u produktů známých způsobů. Obr. 10 znázorňuje známý produkt po odpaření rozpouštědla a obr. 11 znázorňuje produkt po odstranění menších kapének přebytečného povlakového materiálu, např. proséváním. Na tomto je vidět poměrně vysoké procento nespotebovaného povlakového materiálu ve formě větších kapének, které nebylo odstraněno

z povlečeného produktu. Tímto známým způsobem je prakticky vyloučeno vyrobit částice produktu, z nichž více než 50 % by obsahovaly jádra, odstranit přebytečný povlakový materiál a dosáhnout stejnoměrnosti částic. Nebo při pohledu z druhé strany, vynález poskytuje produkt obsahující poměrně velké, převážně jednotlivé povlečené částice a nepovlečené kapénky převážně značně menší než povlečené částice, zatímco produktem známých způsobů je převážně směs jednotlivých hmotových složek povlečených částic a nepovlečených kapének obvykle podobných rozměrů, kde samotné jádrové částice jsou poměrně malé ve srovnání s výslednými částicemi.

Aby se získal produkt, u kterého by bylo výrazné rozlišení velikosti mezi povlečenými částicemi a kapénkami přebytečné povlakové kapaliny, jsou provozní parametry způsobu podle vynálezu řízeny přesným způsobem. Zejména rychlost otáčení kotouče nebo podobně je řízena ve vztahu k průměrné střední velikosti, jakou mají mít kapénky 21a (jak bude podrobněji popsáno níže) a ne ve vztahu k žádané průměrné velikosti povlečených částic. Naproti tomu je u známých způsobů rychlost rotačního kola nebo podobně závislá na požadované velikosti vytvořených kapének bez ohledu na to, zda obsahují uvnitř jádrové částice nebo ne. Podle vynálezu je tedy kotouč nebo podobně otáčen překvapivě vyššími rychlostmi nežli podle známých způsobů při výrobě podobně velkých povlečených jádrových částic.

Jak bylo shora uvedeno, je při provádění vynálezu rychlost otáčení kotouče závislá na požadované průměrné velikosti kapének přebytečného povlakového materiálu a nikoliv na požadované velikosti povlečených částic a při tomto způsobu mají změny v rychlosti otáčení kotouče podstatně menší vliv na tloušťku povlaku na jádrových částicích. Je dobře známo z průmyslových způsobů sušení postřikem a ohlazení postřikem, při nichž se používá rozprašovačů na bázi rotačního kotouče, že existují matematické vztahy mezi rychlostí otáčení kotouče a průměrnou velikostí kapének odhazovaných z kotouče. Těchto vztahů lze použít k výpočtu požadované rychlosti kotouče pro provádění vynálezu (přičemž je možno zahrnout do těchto vztahů viskozitní korekční faktor pro účinek proudění horkého vzduchu jako v obr. 3 a 4), po stanovení požadované průměrné velikosti kapének přebytečné povlakové kapaliny. Tato žádaná průměrná velikost kapének může být určena známými výpočty rozdělení velikosti kapének, přičemž se vypočtené rozdělení velikosti kapének vztáhne na přijatelné procento znečištění konečného produktu, tj. procento přijatelných přebytečných kapének povlakového materiálu o velikosti, která znemožňuje, aby tyto kapénky byly odděleny od povlečených částic. Je třeba znovu zdůraznit, že i když jsou známy metody pro výpočet rychlosti kotouče v závislosti na potřebné velikosti kapének a pro výpočet rozdělení velikosti kapének, nebylo těchto metod dosud použito v procesu povlákání částic tak, že by se rychlost otáčení kotouče učinila závislou na stanovené velikosti, jaká je potřeba pro kapénky přebytečné povlakové kapaliny a ne na žádané velikosti povlečených částic samotných. Je též samozřejmé, že pro účely těchto výpočtů je možno použít dříve zmíněných vztahů pro stanovení potřebné rychlosti otáčení kotouče a že v praxi může být účelné poněkud upravit empirický rychlost otáčení kotouče.

K objasnění podstatného rozdílu v rychlostech otáčení použitých u způsobu podle vynálezu a u známých způsobů, je možno porovnat různé parametry používané u typického známého způsobu obalování částic typu chlazení postřikem s parametry používanými u způsobu podle vynálezu pro obalování podobných částic podobným kapalným povlakem. Tak například mají-li se povlékat kuličky iontoměničové pryskyřice ze síťové frakce o průměru 53 až 106 mikrometrů povlakovým materiálem tvořeným směsí 9 dílů parafínu a 1 dílu Elvaxu 420 (kopolymer ethylenů s vinylacetátem firmy Dupont, tavný index 150) postupem chlazení postřikem podle typického známého způsobu, byla by rychlost otáčení kotouče o průměru 0,2 metru přibližně 3 000 otáček za minutu pro rychlost přívodu 4,5 kg/hod. kaše, obsahující povlakový materiál a jádrové částice v hmotnostním poměru 2 : 1, přičemž povlakový materiál má viskozitu 50 centipoise, aby se získala tekutá kapka v rozprášené kaši o průměrné velikosti blízké velikosti, jaká právě může obsahovat největší jádrovou částici. Pro největší jednotlivou částici, která by představovala 70% náplň v konečné mikrokapsli, by činila velikost této kapénky 120 mikrometrů a seřízení rotační rychlosti na 3 000

otáček za minutu by dalo kapénky o průměrné velikosti 118 mikrometrů podle vpředu zmíněných výpočtů. Toto by však byla průměrná velikost částic v rozprášené kaši jak pro částice obsahující jádrový materiál, tak také pro kapénky přebytečného čistého povlakového materiálu. Produkt získaný tímto známým způsobem za těchto podmínek vykazoval značné překrývání v rozdělení velikosti povlečených částic a kapének nespotřebovaného povlakového materiálu, takže nebylo možno uskutečnit rozdělení na základě velikostí.

Naproti tomu u způsobu podle vynálezu, stanoví-li se, že nejmenší mikroenkapsulovaný produkt včetně shora uvedených kapének bude mít průměr 67 mikrometrů při přibližně 50% náplni jádrových částic o velikosti 53 mikrometrů, může být rychlost otáčení kotouče seřízena tak, aby např. činila 8 000 otáček za minutu, aby se docílilo průměrného průměru u kapének nespotřebovaného povlakového materiálu 40 mikrometrů. K výpočtu množství kapének nespotřebovaného povlakového materiálu, které může být obsaženo v mikroenkapsulovaném produktu, lze použít logaritmického grafu pravděpodobnosti, přičemž se zjistí, že produkt proséváný sítí o velikosti ok 67 mikrometrů může mít poměr znečištění 10 %. Za těchto podmínek byl proveden též pokus za použití kotouče o průměru 0,2 metru s žebry, při kterém byly získány poněkud menší kapénky přebytečného povlakového materiálu. Po prosévání sítí o velikosti ok 53 mikrometrů činilo znečištění, stanovené spočítáním povlečených částic a zbylých částic čistého povlakového materiálu, přibližně 7 %.

Vpředu zmíněný vztah s korekcí viskozity pro kompenzaci vlivu horkého vzduchu pohybujícího se nad horní stranou kotouče je tento:

$$\bar{x} = \frac{(1,4 \times 10^4) (M_L)^{0,24} v^{0,1}}{(Nd)^{0,83} (d)^{0,12} 15},$$

kde

$\bar{x}$ = střední průměr kapénky (mikrometrů),
 M_L = množství přiváděné kapaliny (kg/hodina),
 N = rychlost otáčení (počet otáček za minutu),
 d = průměr kotouče (metrů),
 v = viskozita (centipoise),
 d = smočený obvod (metrů).

Jak shora uvedeno, jedním z parametrů, které mohou být přizpůsobeny, aby se změnila tloušťka povlakového materiálu na konečné povlečené částici, je viskozita povlékací kapaliny. V tomto ohledu, je-li použito vosku jako povlakového materiálu, je možno snadno snížit viskozitu, aby se docílilo v konečné povlečené částici tenčích povlakových stěn, přidáním rozpouštědel k roztavenému povlakovému materiálu 21. Má-li být v povlaku přítomen polymerní materiál, např. polyethylen, může být viskozita podstatně snížena přidávkou mísitelných materiálů o podstatně nižší viskozitě, např. vosků. V zásadě by pevné částice 27 jádrového materiálu měly být nerozpustné v kapalném povlakovém materiálu 21. Je-li však doba styku pevných částic 27 jádrového materiálu s povlakovým materiálem 21 před ztuhnutím povlakového materiálu 21 dostatečně krátká, mohou být pevné částice 27 povlečeny dříve než by se rozpustily. Za těchto podmínek mohou být pevné částice 27, které jsou rozpustné ve vodě nebo jsou na vodu sensitivní, poylečeny vodným roztokem. Dále mohou být též povlečeny kapénky viskózních kapalin (tj. o podstatně větší viskozitě než jakou má povlakový materiál 21).

Pro některé druhy použití lze materiály zvolit tak, aby pevný jádrový materiál 27 reagoval s povlakovou kapalinou 21 a vytvořil při jejich styku počáteční pevnou stěnu, dříve než povlakový materiál ztuhne během procesu. Tak například může jádrový materiál obsahovat chlorid polyfunkční kyseliny nebo isokyanát a kapalina může obsahovat polyamin nebo polyol. Tato metoda je též vhodná pro obalování kapaliny povlakem, protože počáteční stěna nebo slupka vytvořená chemickou reakcí mezi oběma materiály zamezuje absorpci nebo

dispergaci částic 27 jádrového materiálu do povlakového materiálu 21 nebo agregaci jádrových částic před ztuhnutím povlakového materiálu 21.

Suspendováním potřebných pevných částic 27 v povlakové kapalině před anebo současně se suspendováním jádrových částic lze vytvořit povlakové kaše. Suspendované pevné částice v povlaku mohou být rozpustné v povlakové kapalině, jestliže doba jejich styku s touto povlakovou kapalinou je tak krátká, že nemůže dojít k jejich rozpuštění.

Kapaliny lze též opatřovat povlakem tím, že se dispergují na suspenzi nebo emulzi v povlakové kapalině. Jádrová kapalina by měla mít vyšší viskozitu než jakou má povlaková kapalina, takže rozložení kapaliny a následující rozprášení na malé kapénky probíhá nejprve v povlakové kapalině. Kapalně jádrové materiály mohou být též povlékány po jejich absorpci na pevných materiálech nebo v nich.

Je též možno zachytit povlečené částice na vrstvu prášku nebo do tvrdící nebo extrakční lázně, kde dojde k odstranění nadbytečného rozpouštědla extrakcí nebo kde proběhne chemická vytvrzovací reakce. Jako příklad pro tento postup lze uvést přípravu částic povlečených želatinou, které jsou zachycovány do lázně obsahující glutaraldehyd, který vytvrzuje stěnu nebo povlakový materiál 21 a podstatně snižuje prostupnost stěny.

Podle vynálezu je možno vytvořit povlaky z polymerů, které jsou nerozpustné ve všech nebo téměř ve všech rozpouštědlech, použije-li se polymerů ve formě vodných latexových suspenzí. Jako příklady lze uvést akryláty, kaučuk, syntetický kaučuk, polyvinylidenchlorid atd. Pevné nebo kapalně jádrové částice 27 se suspendují v latexu a suspenze se přivede k otočnému ústrojí. Nad horní stěnu otočného kotouče se musí přivádět vlhký vzduch anebo se musí učinit jiné opatření, kterým by se zamezilo vysušení latexu a jeho koagulací na kotouči. Po opuštění kotouče se povlečené částice a menší nadbytečné částice ze samotného latexu vysuší například tím, že se nechají padat komorou, kterou prochází horký vzduch nebo plyn nenasycený parou. Jak je voda odstraňována z latexu, částice polymeru koagulují a vytvářejí nerozpustný film. V suchém stavu je filmový povlak pevnou bariérou, kterou poruší pouze rozpouštědla polymeru.

Jiné provedení vynálezu je znázorněno na obr. 2, na který se bude odvolávat následující popis. Otočný kotouč s drážkovanou horní stranou 13 a jeho hnacím motorem 17 jsou obdobné jako stejnými vztahovými značkami označené díly znázorněné v obr. 1. Je zde použito infračervených zářičů 40 k vyhřívání prostoru nad kotoučem 11 a motor 30 pohánějící míchadlo, jehož rychlost je regulována variátorem 41, míchá povlakový materiál a jádrový materiál, aby se získala potřebná suspenze. Vyhřívaná nálevka 45 je podle potřeby zvedána a snižována po třech svislých nosných tyčích 49, opatřených závity, z nichž v obr. 2 jsou znázorněny pouze dvě. Míchadlo 50 je upraveno uvnitř nálevky 45 a je otáčeno prostřednictvím hnacího hřídele 47 spojeného s motorem 30. Spodní konec hřídele 47 vytváří zátku 51, která může podle výšky nálevky 45 na nosných tyčích 49 prostupovat spodním otvorem nálevky a tím uzavřít výtok z nálevky 45 na kotouč 11. U tohoto provedení odpadá kulový ventil a řízení průtoku je regulováno tím, že se zvedá nebo snižuje nálevka 45 na nosných tyčích 49 nebo tím, že se zvedá nebo snižuje motor. Další možnosti řízení přívodu materiálu na kotouč jsou evidentní pro odborníky v tomto oboru.

Jiné provedení, které bude nyní popsáno, je znázorněno v obr. 3. Otočný kotouč 55 s hladkou horní stranou 57 je uložen horizontálně mezi dvěma horizontálními deskami 59 a 60. Nálevka 61 obsahuje míchadlo 63 umístěné tak, aby se suspendovaly pevné částice v kapalném povlakovém materiálu, který je současně přiváděn do míchané nálevky. Spodní konec nálevky 61 pokračuje vhodně upraveným otvorem 65 v horní desce 59 a její spodní otvor je upraven tak, že obsah nálevky může padat na horní stranu 57 kotouče 55 podél osy otáčení kotouče. Rozdělovací kužel 67 se rozšiřuje směrem dolů a je upraven v podstatě souose kolem stonku nálevky, aby se zamezilo rozstříkávání kašovitého materiálu přiváděného z nálevky na horní stranu kotouče. Do prostoru mezi deskami 59 a 60, a to jak nad kotouč 55, tak pod něj, je přiváděn horký vzduch pomocí vhodných potrubí 69 na horký vzduch, která jsou spojena s vhodnými otvory v deskách 59 a 60. Teplota vzduchu přiváděného potrubími 69

je dostatečně vysoká, aby udržela povlakový materiál v roztaveném stavu, když je tento v oblasti mezi deskami 59, 60. Je zřejmé, že desky 59, 60 napomáhající řízení průtoku vzduchu nemusí být rovnoběžné. Vyšší rychlosti horkého vzduchu na okraji otočného kotouče lze například docílit tím, že se mezera mezi deskou a otočným kotoučem snižuje se zvyšujícím se poloměrem. Desky 59, 60 se mohou samozřejmě též otáčet společně s kotoučem.

V provedení podle obr. 3 slouží nálevka 61 jako nádrž, ve které jsou pevné částice nebo kapalně kapénky jádrového materiálu dispergovány v povlakové kapalině. Dále rychlost přívodu výsledné suspenze z nálevky na horní stranu 57 kotouče je regulována hladinou suspenze, jaká je udržována v nálevce a ne mechanismem vypustného ventilu nálevky.

Provedení podle obr. 4 je v mnoha ohledech podobné jako provedení podle obr. 3 až na to, že má odlišný mechanismus pro podávání suspenze a že kotouč je nakloněn v určitém úhlu, např. 45 stupňů vůči horizontále. Suspenze povlakového materiálu a jádrového materiálu je uložena v nádrži 70, která je uvnitř opatřena míchadlem 71. Spodní rohová část nádrže 70 se může podle potřeby otevírat, aby suspenzní materiál mohl regulovaně být přiváděn na horní stranu 57 kotouče 55. Účelem obr. 4 je znázornit, že kotouč může být orientován v podstatě v libovolném úhlu a nemusí být vodorovný jak znázorněno v obr. 1 až 3.

Obr. 5 znázorňuje schematicky provádění podle vynálezu, kde je použito obvykle kuželovitěho síta 77, umístěného nad horní stranou kotouče 75 tak, aby se sbíhalo k místu mezi kotoučem a spodním koncem nálevky 73. Nálevka podává suspenzní materiál na kotouč způsobem popsaným u provedení podle obr. 1 až 3. Je zde však upraveno síto 77, které se otáčí s kotoučem 75, aby pomáhalo řídit průměrnou tloušťku povlaku odtahováním části povlakového materiálu přes síto. Další formy otočných kotoučů 90, 92, 94, kterých lze použít pro provádění způsobu podle vynálezu, jsou znázorněny na obr. 13 až 15. Dále je též možno použít vícepatrových otočných kotoučů, žebrovaných kol, drážkovaných kotoučů a radiálních trubek.

Vynález, tak jak byl shora popsán, se hodí pro povlékání částic v podstatě libovolného tvaru. Nejstejněměrnějšího povlaku se však docílí u kulových částic. Velikost částic se může zpravidla pohybovat v rozmezí od 10 mikrometrů do 10 milimetrů, i když při speciálním provedení a speciálních podmínkách lze použít i částic mimo toto rozmezí. V podstatě kulové částice se mohou snadno vytvořit dobře známými metodami, například sušením postříku, lisováním ve formách nebo aglomerací jemných prášků v otočných bubnech za použití pojiva v kapalně fázi nebo/a tepla. Je též známo, že kompaktní krystaly blížící se kulovému tvaru lze získat roztíráním během krystalizace.

Vzhledem k minimálním provozním nákladům by povlakový materiál měl být kapalný při teplotě, při které se provádí povlékání a měl by ztuhnout při ochlazení, aniž by vyžadoval buď odpaření rozpouštědla nebo chemické reakce. Viskozita povlakového materiálu se může pohybovat od 0,5 do 100 000 centipoise, s výhodou od 1 do 5 000 centipoise. Výhodnými povlakovými kapalinami jsou různé směsi polyolefinů, ethylen-vinylacetátového kopolymeru a vosků. Typické složení povlakové kapaliny je 50 % hmotnostních polyethylenu o hustotě 0,92, tavném indexu 250 a 50 % hmotnostních parafinového vosku o teplotě tání 60 °C. Je výhodné, aby jádrový materiál byl nerozpustný v povlakové kapalině při teplotě povlékání, i když lze povlékat i rozpustná jádra, jestliže doba styku před rozprášením a ztuhnutím je dostatečně krátká k tomu, aby nedošlo k rozpuštění.

Při provádění způsobu podle vynálezu mohou částice, které mají být opatřeny povlakem, činit až 45 % obj. veškeré suspenze, i když obvykle toto objemové procento bude v rozmezí 20 až 35 %. Teplota kolem horní strany kotouče musí být vyšší než teplota tání povlakového materiálu. Obvykle to bude mezi 60 a 90 °C pro čisté vosky a mezi 120 a 160 °C pro směsi polymer/vosk.

Rychlost otáčení kotouče se zvolí tak, aby přebytečný povlakový materiál vytvořil mnohem menší kuličky nežli povlečené částice. Kdyby bylo kotouče použito pouze jako rozprašovače, byly by to tyto malé kuličky, které by se vytvořily. Protože přebytečný kapalný

obalový materiál vytváří menší kapénky, je aerodynamická tažná síla na jednotku hmoty mnohem vyšší než-li tato síla pro větší povlečené částice. Proto jsou tyto menší kapénky během tuhnutí zpomalovány touto tažnou silou mnohem rychleji při svém pohybu ven z kotouče. Tyto kapénky tedy spadávají mnohem blíže u otáčejícího se kotouče. V blízkosti kotouče může být umístěna jímka pro zachycování těchto malých částic nespotřebovaného povlakového materiálu, aby byly recyklovány do zásobní nádrže pro povlakový materiál. Nebo mohou být částice nespotřebovaného povlakového materiálu zachyceny ve vnitřní části spodního kužele pro prosévání a recyklování.

Když se prstenec částic nespotřebovaného povlakového materiálu částečně překrývá s prstencem povlečených částic, nemohou být částice úplně odděleny proséváním. Když k tomu dojde, způsobí zvýšení rychlosti otáčení kotouče rozdělení prstenců tím, že povlečené částice jsou vrženy dál a velikost částic nespotřebovaného povlakového materiálu se sníží, takže tyto částice spadnou těsněji u kotouče. Mají-li částice produktu menší průměr než 100 mikrometrů, spadnou jak částice produktu, tak menší částice přebytečného povlakového materiálu ve vzdálenosti několika málo desítek cm od kotouče a oboje jsou silně ovlivněny vzduchem, proudícím směrem ven podél poloměru kotouče. Nerozdělí se proto zřetelně v oddělené prstence. Dají se však snadno rozdělit proséváním, odstředivou silou atd.

Pro částice kolem 0,5 mm a hustotě 1,2 dává rychlost otáčení 1 000 až 1 500 otáček za minutu kotouče o průměru 0,2 m dobré prostorové oddělení drobných částic přebytečného vosku od mnohem větších povlečených částic, takže částice přebytečného vosku mohou být sebrány odděleně a nemusí vyžadovat zvláštní prosévací operace.

Částice, které mají být povlékány, se mohou smísit s roztaveným povlakovým materiálem těsně před tím než je výsledná suspenze přivedena na kotouč. Pro kotouče o průměru 0,2 m může přiváděné množství s výhodou činit 100 ml až 5 l za minutu, může však zahrnovat rozsah 10 ml/min. až 100 l/min. Při povlékání materiálů s teplotami tání značně nad teplotou místnosti (např. nad 50 °C) tuhnou povlečené částice rychle po opuštění horní strany kotouče a mohou být ihned sebrány. Je-li jako povlakového materiálu použito roztoku, musí být odpařeno rozpouštědlo dříve než se mohou sebrat prakticky suché částice.

Shora popsání provedení zahrnují kotouč s drážkovanou horní stranou, kotouč s plochou hladkou horní stranou, miskovitou nebo kuželovitou horní stranou, se šikmými síty nebo perforovanými deskami upravenými nad nádrží (otočnými nebo neotočnými). Je možno též použít žebrovaného kotouče, přičemž kotouč obsahuje řadu žeber v určitých úhlech rozmístěných s mezerami mezi sebou. Prakticky lze použít k provedení vynálezu libovolného otočného ústrojí použitelného pro rozprašování, pokud u něj nemusí kaše procházet jemným otvorem, kde by mohlo dojít k ucpání.

Jinými alternativami jsou obrácený kužel, vyrobený z nerezavějící oceli a drážkovaný kotouč, u kterého jsou drážky upraveny v určitém úhlu k průměru kotouče.

Způsobem podle vynálezu byly s úspěchem opatřeny povlakem tyto látky: fosfory (12 až 60 mikrometrů), chlorid draselný (přibližně kulovité částice 500 až 860, 250 až 500, 120 až 250 mikrometrů), voda zahuštěná karboxymethylcelulosou, krystaly sacharosy (1 až 1,5 mm), kuličky sacharosy (1,4 až 2 mm), aspirinový prášek (spojený roztokem karboxymethylcelulosy), acetaminofen (kuličky 180 až 320 mikrometrů) atd. Jako povlakových kapalných materiálů bylo použito čistého vosku, vosku s rozpouštědly (např. 20 % hmotnostních parafinového vosku, 30 % hmotnostních Polywaxu 500, 50 % hmotnostních 1,1,2-trichlorethanu), směsí vosku (16 % hmotnostních Polywaxu 500, 24 % hmotnostních ethylenvinylacetátového kopolymeru Elvax 420, 18 % hmotnostních vinylacetátu, Du Pont de Nemours, Inc.) a 60 % hmotnostních parafinu nebo 17 % hmotnostních parafinu, 33 % hmotnostních Polywaxu 500 a 50 % hmotnostních Elvaxu 420), polyethylenového vosku, vosku a polyethylenu o nízké hustotě (50 % hmotnostních parafinu a 50 % hmotnostních polyethylenu), Woodova kovu (50 % hmotnostních vizmutu, 25 % hmotnostních olova, 12,5 % hmotnostních kadmia a 12,5 % hmotnostních cínu), celulozového polymeru rozpouštěného v rozpouštědle a roztoků směsí vosků, polyethylenu a kopolymeru ethylenu s vinylacetátem v aromatických a alifatických uhlovodících.

Povlakových materiálů bylo též použito ve formě kaší, obsahujících až 37 % hmot. suspen-dovaných nerozpustných pevných látek, a to jak menších, tak větších než byla průměrná tloušťka výsledného obalu.

Vynález je dále objasněn následujícími příklady.

Příklad 1

V tomto příkladu bylo použito prakticky kulových částic chloridu draselného z frak-ce o průměru 500 až 863 mikrometrů získané proséváním. Bylo použito zařízení v podstatě takové, jaké je znázorněno v obr. 1 s horní stranou kotouče 11 spíše hladkou než-li drážkovanou. Výpustný kanálek 37 pro kulový ventil byl uložen přibližně 3 mm nad horní stranou 13 kotouče. Celá nádrž byla vyhřívána elektrickou spirálou a byla vybavena ther-močlánkem. Kotouč byl nakloněn přibližně 45 stupňů od horizontály (jako v provedení podle obr. 4), aby se zvětšila cesta vzhůru do vzduchu směřujících částic a aby částice mohly ztuhnout dříve než narazí na pevný povrch. Dolů směřující částice nebyly sebrány. Kotoučová sestava byla vybavena dodatkem ke dvěma zářičům třemi teplomety nad kotoučem a dvěma teplomety pod kotoučem.

V kádince se roztavilo a míchalo 38 g parafinového vosku (Fisher P-22), 38 g Polywa-xu 500 (vyrobeného firmou Bareco Division of Petrolite Inc.) a 24 g Elvaxu 420 (Du Pont). Roztavený vosk se smíchal s 38 g částic chloridu draselného ve vyhřívané míchané nádrže-ce. Po zapojení všech teplometů se uvedl do chodu kotouč tak, aby se otáčel rychlostí 700 otáček za minutu. Otevřel se ventil, aby mohla suspenze přitékat na střed kotouče, odkud byla dispergována. Povlečený chlorid draselný byl vyhazován směrem vzhůru (vzhledem k to-mu, že kotouč byl odchýlen v určitém úhlu od horizontály) a dopadal na úroveň podlahy zhruba ve vzdálenosti 1,8 m od kotouče. Menší částice čistého vosku sledovaly dráhu mno-hem bližší kotouče, oddělenou 30 cm nebo 60 cm od povlečených částic chloridu draselného.

Velké částice byly rozděleny proséváním do tří frakcí. Dvacet osm procent bylo větších v průměru než 860 mikrometrů, 68 % mělo průměr 590 až 860 mikrometrů a 4 % mělo menší průměr než 590 mikrometrů. Malé částice vosku těsně kolem kotouče nebyly sebrány.

Střední průměr vypočtený pro malý počet nepovlečených částic ($n = 15$) byl 521 ± 44 mikrometrů. Povlečené částice měly střední průměr 759 ± 74 mikrometrů ($N = 15$). Proto průměrná tloušťka povlaku činila na základě těchto měření 119 mikrometrů.

Ve frakci o průměru větším než-li 860 mikrometrů klesly všechny částice v kapalině o hustotě přibližně 10 % větší než je hustota vosku (tj. diethylsukcinát o hustotě $1,047 \text{ g/cm}^3$). To naznačuje, že všechny tyto částice obsahovaly chlorid draselný. U částic, kte-ré měly průměry v rozmezí 590 až 860 mikrometrů, tři ze dvaceti libovolně zvolených částic se vznášely, což ukazuje na to, že to byl čistý vosk. (Frakce částic čistého vosku o tom-to rozsahu velikostí mohla být zmenšena vyšší rychlostí otáčení kotouče nebo nižší visko-zitou povlakového materiálu). Extrakce vodou ukázala, že frakce o průměrech větších než 860 mikrometrů obsahovala 54,7 % hmotnostních chloridu draselného a 45,3 % hmotnostních vosku. Frakce o průměrech 590 až 860 mikrometrů obsahovala 65 % hmotnostních chloridu dra-selného a 35 % hmotnostních vosku.

Zatímco se volný chlorid draselný po umístění do vody rozpustil během několika se-kund, rozpustilo se za 10 minut méně než 3 % hmotnostních povlečeného chloridu draselného z libovolné frakce velikostí. Pouze 16,2 % hmotnostních se rozpustilo za 70 minut z frakce o průměrech 590 až 860 mikrometrů a 30,9 % hmotnostních se rozpustilo za 70 minut z frakce o průměrech větších než 860 mikrometrů. Za 266 minut se rozpustilo 39 % hmotnostních z frakce o průměrech v rozmezí 590 až 860 mikrometrů a 62 % hmotnostních z frakce o prŭ-měrech větších než 860 mikrometrů. Z toho lze usuzovat, že částice rozpustného chloridu draselného byly dobře povlečeny.

V tomto příkladu 1 byl chlorid draselný dobře povlečen voskovým polymerním povlako-vým materiálem. Toho se těžko docílí metodami jako např. povlékáním ve fluidním loži, pro-tože voskové kapénky nesnášejí dobře povrch chloridu draselného. Povlak se tedy špatně

rozprostírá po povrchu. Při provádění způsobu podle vynálezu se částice nejdříve úplně ponoří do povlakového materiálu a proces je tak rychlý, že povlak nemá dost času na to, aby odkryl povrch před ztuhnutím.

Příklad 2

Kuličky cukru o průměru v rozmezí 1,2 až 2 mm byly enkapsulovány do vosku o tomto složení: 38 g Gulfwaxu (parafinový vosk pro domácnosti), 38 g Polywaxu 500 (Bareco) a 24 g Elvaxu 420 (Du Pont). Za současného míchání vosku při 104 °C se k němu přidalo 40 g kuliček cukru a po důkladném promíchání se disperze vlila na kotouč, který se otáčel rychlostí 1 140 otáček za minutu. Výsledný voskový povlak na povlečených kuličkách cukru činil 17 až 25 % hmot. při měření extrakcí. Nepovlečené kuličky cukru uvolnily 73,6 % hmotnostních ze svého obsahu během deseti minut a 91 % hmotnostních během třiceti minut. Povlečené kuličky neuvolnily během 10 minut zjistitelné množství (tj. méně než 1 %). Po třiceti minutách bylo uvolněno 1,1 % hmotnostních a po jedné hodině se rozpadlo 2,6 % hmotnostních. Cukr byl tedy dobře povlečen.

Příklad 3

Dvacet gramů acetatobutyrátu celulózy (Eastman CAB 381-2) bylo rozpuštěno ve směsi 100 ml dichlormethanu a 10 ml acetonu a umístěno v nádrži 20. Krystaly červeného cukru o celkové hmotnosti 28 gramů a procházející 500 mikrometrovým sítem, ale zachycené 250 mikrometrovým sítem se smíchaly s roztokem CAB a suspenze se vedla na kotouč, otáčející se rychlostí 1 170 otáček za minutu bez zahřívání. Červené částice se oddělily dobře během procesu povlékání od menších bezbarvých polymerních kapének. Frakce povlečeného produktu, procházející 1 mm sítem, ale zachycená 860 mikrometrovými otvory (povlečená částice aglomerovaly na povrchu vzhledem k nemožnosti odpařit všechno rozpouštědlo v laboratorním vzduchu) sestávala z 68 % hmotnostních cukru a 32 % hmotnostních acetobutyrátu celulózy. Po vložení do vody se 33 % hmotnostních cukru rozpustilo za deset minut a 65 % hmotnostních za 90 minut.

Příklad 4

Aby bylo možno povlékat polymerními materiály o vyšší viskozitě taveniny, např. polyethylenem, je nutno regulovat teplotu vzduchu v blízkosti otočného kotouče. Toho bylo dosaženo ve větším rozsahu při použití provedení podle obr. 3 a 4, kde se použilo krycích desek 59 a 60. Horký vzduch, např. z teplometů, je veden přímo potrubími 69 ke kotouči.

100 gramů polyethylenu (tavný index = 250) se roztavilo v kádince. S roztaveným polyethylenem se smíchalo 34 gramů kulovitých granulí organické kyseliny mírně rozpustné ve vodě o číselném středním průměru 0,740 mm. Teplota směsi byla 154 °C. Tato směs se přivedla ke kotouči, který se otáčel rychlostí 1 140 otáček za minutu. Teplota desek na straně přilehlé ke kotouči se pohybovala v rozmezí 130 až 170 °C na různých místech. Viskózní suspenze byla přivedena k desce v průběhu pěti minut. 46 gramů materiálu, který nepřišel do styku s deskou, bylo regenerováno a rozděleno takto:

Průměr (mikrometrů)	% hmotnostní z celku	Obsah
500	7,8	pouze polyethylen
500 až 590	0,9	pouze polyethylen
590 až 860	7,3	povlečená organická kyselina
860 až 1 000	14,5	povlečená organická kyselina
1 000 až 1 180	9,1	povlečená organická kyselina
1 180 rozčleněný materiál	3,7	různé kuličky
nerozčleněný materiál	56,7	"taffy" a "pavučiny", polyethylen neobsahující organickou kyselinu

(Nerozčleněný materiál nebyl pozorován při nižší viskozitě povlakového materiálu, vyšší teploty však nebylo v tomto příkladu možno použít ke snížení viskozity vzhledem k tepelné nestabilitě jádrových částic).

Pro srovnání je dále uvedeno rozdělení velikostí částic kuliček nepovlečené organické kyseliny:

Průměr (mikrometrů)	Hmot. %
500	0,4
500 až 590	1,2
500 až 860	79,2
860 až 1 000	19,0
1 000	0,3

Částice ve frakci velikostí 590 až 1 000 mikrometrů obsahovaly 49 % hmotnostních organické kyseliny. Po umístění do deionizované vody se 2,4 % hmotnostních organické kyseliny uvolnilo za 16 hodin, 7,1 % hmotnostních za 72 hodin. U kontrolních pokusů bez povlékání se organická kyselina rozpustila úplně přibližně za 30 minut.

Příklad 5

V kádince se roztavilo 400 g Woodova kovu (získaného od Federal Metal Corp. of Newark, N. J.). V sušárně se zahřívalo 50 g téměř kulovitých částic KCl, procházejících sítím s 860 mikrometrovými otvory, ale zadrženými 500 mikrometrovým sítím, na 85 °C. Kotouč o průměru 0,2 m s 24 drážkami udržovaný na teplotě 60 °C a ve sklonu 28° vůči horizontále, se otáčel rychlostí 6 300 otáček za minutu. Vytvořila se suspenze částic KCl v kapalném Woodovu kovu a nalila se na kotouč.

Rozdělení velikostí částic bylo toto:

Průměr (mikrometrů)	Hmotnost (g)	Obsah
Pod 500	26,3	kovový prach
500 až 590	21,8	kuličky
500 až 860	10,0	kuličky a ploché částice
Nad 860	37,1	shluky

Kuličky byly povlečeny kovem, jak bylo zjištěno vizuálním pozorováním, ale chlorid draselný se rychle rozpustil, což naznačuje, že povlak byl porézní. Pod mikroskopem bylo vidět, že povlak sestává z mnoha malých kovových krystalů, z čehož bylo možno usuzovat na pravděpodobné prosakování na rozmezí krystalů.

Příklad 6

50 g polyethylenu USI (hustota = 9,927, tavný index = 250) bylo rozpuštěno při 150 °C v 50 g Gulwax Paraffinu. Plochý hladký kotouč o průměru 0,2 m se udržoval na teplotě 130 °C a nechal se otáčet rychlostí 1 800 otáček za minutu. 50 g téměř kulových částic aceta-minofenu o průměru v rozmezí 177 až 250 mikrometrů se smíchalo s roztokem polymeru ve vosku. Frakce produktu o velikosti částic 177 až 300 mikrometrů obsahovala převážně povlečené jednotlivé částice.

Příklad 7

Provedení s kuželovým sítím podle obr. 5 bylo použito k povlékání téměř kulových částic KCl. Procento jádrového materiálu, vztažené na veškeré částice (tj. užitečné zatížení), bylo vyšší oproti produktu získanému z pokusu provedeného za stejných podmínek, ale s použitím plochého kotouče. To ukazuje na to, že použití porézního kužele představuje další možnost, jak regulovat tloušťku stěny zvýšením množství odstraněné povlékací kapaliny z jádrových částic. Současně se tím zmenšuje frakce přebytečné povlékací kapaliny rozprášené od okraje rotujícího ústrojí. Přitom se však sníží počet jednotlivě povlečených částic.

Složení povlaku bylo 38 % hmot. parafinového vosku (Gulf), 38 % hmot. Polywaxu 500, Bareco a 24 % hmotnostních Elvaxu 420 (Du Pont). Původní velikost částic se pohybovala v rozmezí 0,50 až 86 mm. Kaše byla vedena ke kotouči nebo rotoru při teplotě 116 °C, při-

čemž vzduch mezi deskami byl udržován na teplotě 129 až 133 °C.

% užitečného zatížení

500 až 590 mikrometrů 590 až 850 mikrometrů

Plochý kotouč	75,8	57,3
Kuželovité síto	88,-	82,8

Pro hladký kotouč, pracující za stejných podmínek, bylo rozdělení velikostí nepovlečených jádrových částic, povlečených částic a rozprášeného přebytečného povlakového materiálu toto:

Průměr (mikrometrů)	Nepovlečený KCl Hmotnost (g)	% hmotnostní
Menší než 420	0,418	2,5
420 až 500	2,354	14,0
500 až 590	13,187	78,6
590 až 860	0,654	3,9
Větší než 860	0,172	1,0
celkem	16,785	100,0

Produkt (ve dvou prstencích kolem rotujícího ústrojí):

Povlečené částice KCl (vnější prstenec)

Průměr (mikrometrů)	Hmotnost (g)	% hmotnostní
Menší než 500	0,3	1,8
500 až 590	0,6	3,6
590 až 860	12,1	73,4
860 až 1,00	2,6	15,8
1,00 až 1,18	0,5	3,0
Větší než 1,18	0,4	2,4
celkem	16,5	100,0

Rozprášený přebytečný povlakový materiál (vnitřní prstenec)

Průměr (mikrometrů)	Hmotnost (g)	% hmotnostní
Menší než 149	1,0	5,5
149 až 177	0,9	5,0
177 až 250	1,5	8,3
250 až 297	3,3	18,3
297 až 420	7,3	40,6
420 až 500	1,3	7,2
Větší než 500	2,7	15,1
celkem	18,0	100,0

Je jen malé překrytí v rozdělení velikostí velkých povlečených částic KCl (většinou jednotlivé povlečené částice) a malých kapének, které je tvořeno převážně rozprášeným čistým povlakovým materiálem. Protože pevný KCl je těžší, budou téměř všechny povlečené částice KCl ve vnějším prstenci. Jestliže je kotouč otáčen vyšší rychlostí nebo jestliže se sníží viskozita povlakového materiálu, sníží se průměr rozprášených kapének ve vnitřním prstenci. Průměr prstence obsahujícího velké povlečené částice se zvýší, zvýší-li se rotační rychlost nebo se mírně zmenší, jestliže rychlost zůstane nezměněna, ale sníží se viskozita, protože částice budou mít tenčí povlak.

Byl popsán zdokonalený způsob a zdokonalené zařízení pro povlékání nebo zepouzdrování drobných pevných částic nebo viskózních kapalných kapének, které jsou použitelné pro široký rozsah velikostí. Povlékací technika funguje dobře pro povlékání pevných částic v rozmezí velikostí 20 až 300 mikrometrů, kde známé metody nanášení povlaku na částice ve vířivém loži fungovaly špatně nebo vůbec ne. Celkově je způsob podle vynálezu méně ná-

kladný nežli známé způsoby, protože je velmi rychlý a vyžaduje méně energie a méně provozní kontroly. Povlakový materiál a jádrový materiál stačí udržovat ve styku jen velmi krátkou dobu. Kromě toho částice nemusí být v zařízení zpracovány více než-li jednou na rozdíl od nutnosti několika průchodů částic oblastí postřiku u metod nanášení povlaku postřikem.

Způsob podle vynálezu je také s výhodou použitelný místo různých jiných způsobů pro přípravu mikrokapslí. Tak například odstraňuje způsob podle vynálezu nutnost pečlivé kontroly a přesně načasovaných změn podmínek, které jsou potřebné při mnoha zapouzdřovacích procesech na bázi koacervace a odpařování rozpouštědla. Způsob podle vynálezu odstraňuje potíže spojené s aglomerací mikrokapslí, což je častým problémem u těchto procesů.

Způsob podle vynálezu je též výhodný pro dispergované kapalně jádrové kapénky, které jsou viskóznější nežli povlaková kapalina, aby se rozprostření a rozprášení omezilo na méně viskózní povlakový materiál. Tímto způsobem může být způsob podle vynálezu použit k přípravě podobných mikrokapslí, jaké se získají metodou prstencového rozstřikování.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob povlékání nebo zapouzďování pevných částic nebo viskózních kapének povlakovým materiálem, který je méně viskózní než-li jádrový materiál a tuhý při normálních teplotách místnosti, ale kapalný při vyšších teplotách, při kterých je prováděno povlékání anebo ve formě roztoku během procesu povlékání, vyznačující se tím, že jednotlivé složky jádrového materiálu, mající formu pevných částic, shluku tvořených granulací nebo tvořící za normální teploty místnosti kapénky nerozpustné v povlakovém kapalném materiálu se v něm rozpustí na suspenzi, suspenze se odstředivě rozdělí jednak na kapénky čistého povlakového materiálu a jednak na jednotlivé složky uvedeného jádrového materiálu, zapouzďeného uvedeným povlakovým materiálem, jednotlivé povlečené složky se ochladí nebo se z nich odstraní rozpouštědlo a získá se převážná část nevyužitého povlakového materiálu ve formě kapének o předem stanovené menší velikosti, než-li je velikost jednotlivých složek jádrového materiálu, což se děje využitím vzájemné závislosti rozhodujících parametrů povlékání podle empirického vzorce:

$$\bar{x} = \frac{(1,4 \times 10^4) \cdot M_L^{0,24} \cdot v^{0,1}}{N \cdot d^{0,83} \cdot d^{0,12}} \cdot \frac{1}{15}$$

kde

$\bar{x}$ = střední průměr menších kapének povlakového materiálu v mikrometrech

M_L = množství přiváděné suspenze v kg/hodina

N = rychlost otáčení rotující plochy (počet otáček za minutu)

d = průměr dráhy rotujícího kotouče v m, na níž je přiváděna suspenze

v = viskozita v centipoise

2. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že výsledné menší kapénky nevyužitého povlakového materiálu a větší kapénky zapouzďeného jádrového materiálu jsou vystaveny odstředivé síle nebo jsou prosévány a oddělené kapénky nevyužitého obalového materiálu se recyklují.

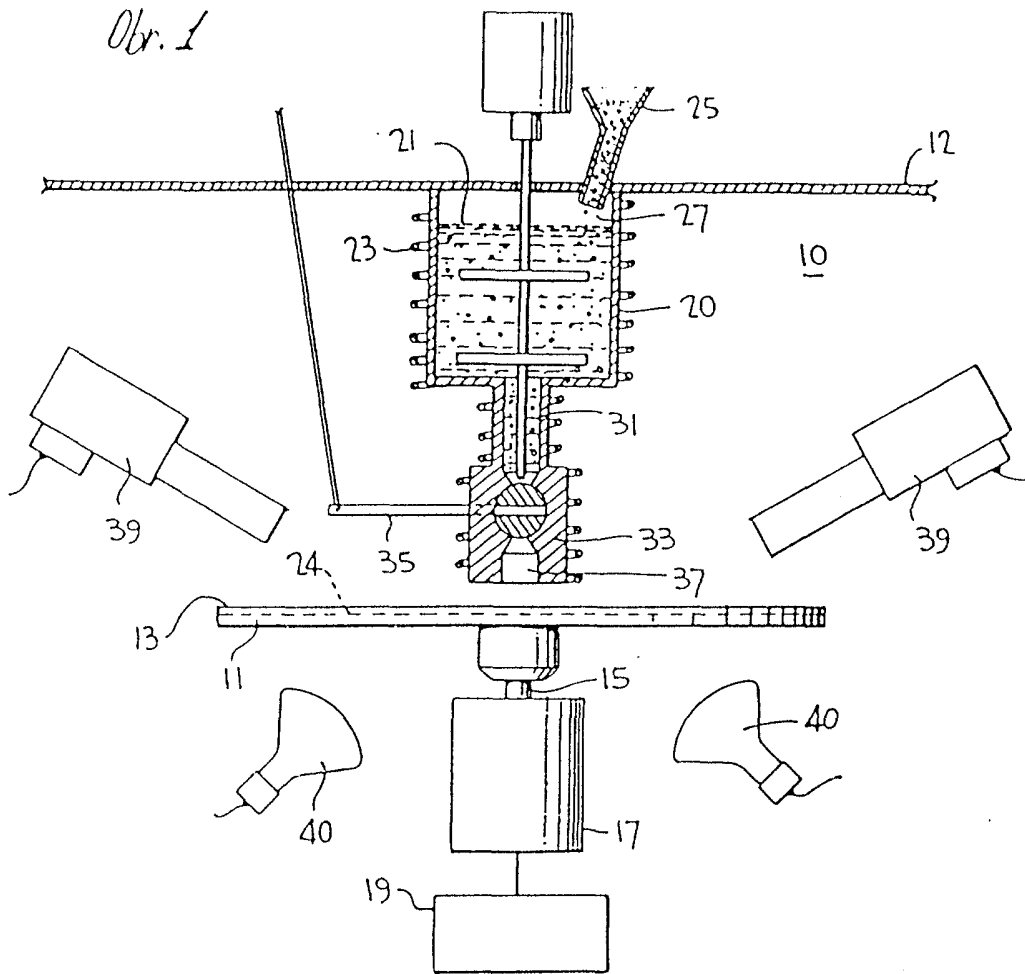
3. Způsob podle bodu 1 až 3, vyznačující se tím, že kapénky zapouzďeného jádrového materiálu obsahují po jednom kusu jádra.

4. Způsob podle bodu 1 až 4, vyznačující se tím, že se zapouzďují jádrové částice až do velikosti průměru 2 mm.

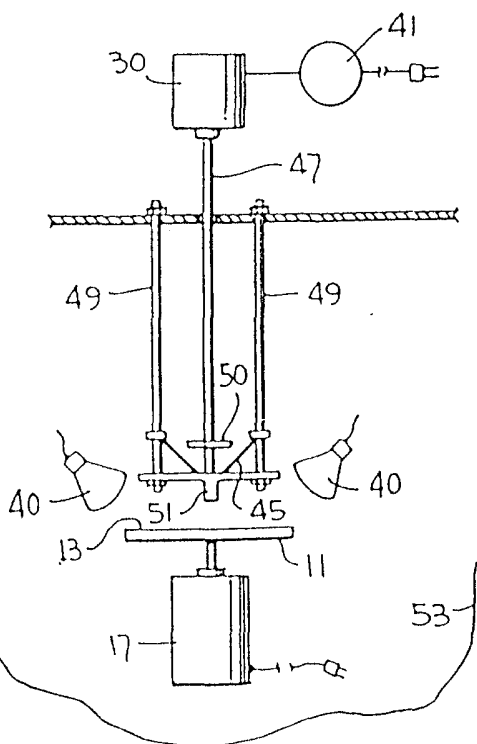
5. Způsob podle bodu 1 až 5, vyznačující se tím, že jádrový materiál nebo jeho složky reagují s povlakovým materiálem nebo jeho složkami před ztuhnutím povlakového materiálu.

6. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že povlečený jádrový materiál se vytvrzuje v chemické tvrdící lázni.

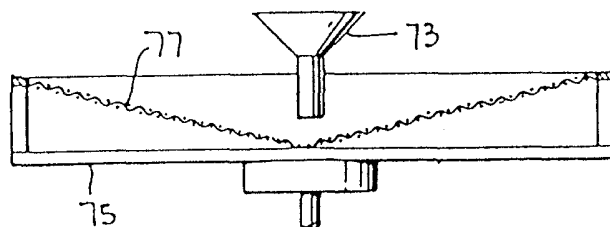
Obr. 1



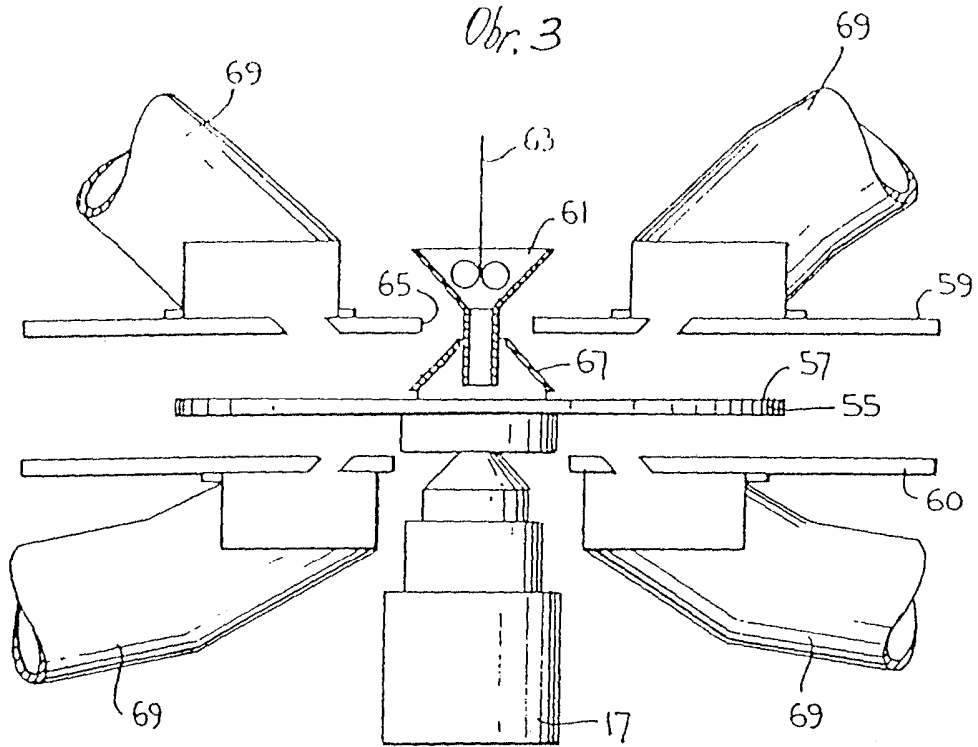
Obr. 2



Obr. 5



Obr. 3



Obr. 4

