

(11) Patent numeris: **3915**

(51) Int.Cl.⁵: **A01N 43/40,**
A01N 25/28

(21) Paraiškos numeris: **IP1703**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 12 29**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 07 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 04 25**

(60) SU duomenys: **SU 4202973, 1987 07 08**

(31,32,33) Prioritetas: **883684, 1986 07 09, US**

(72) Išradėjas:
John Miley Deming, US
John Melvin Surgant, US

(73) Patent savininkas:
MONSANTO COMPANY, 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Missouri 63167,
US

(74) Patentinis patikėtinis:
Reda Žabalienė, 7, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:
Disperguojamos vandenyje granulės, laisvai byrantį kompoziciją, disperguojamų vandenyje granuliu gavimo būdas

(57) Referatas:

Išradimas skirtas pesticidinei kompozicijai, apimančiai laisvai byrančias, daugiausiai sferines, disperguojamas vandenyje granules, kurioje nurodytų disperguojamų vandenyje granuliu skersmuo yra apytiksliai 150-850 mikronų; granulėse yra apytiksliai iki 8,0 masės % drėgmės; kiekviena atskira disperguojama vandenyje granulė yra atskirų sferinių mikrokapsulių sandara arba agregatas, kuriose bent vienas netirpus vandenyje pesticidas yra polimerinėje plėvelėje. Kontaktuojamos su vandeniu, nurodytos disperguojamos vandenyje granulės dezintegruojasi, išlaisvindamos individualias mikrokapsules.

Išradimas taip pat skirtas sausiems biriems aukščiau nurodytų disperguojamų vandenyje granuliu kartu su pagalbiniais priedais pesticidiniais preparatams.

Be to, išradimas priskiriamas disperguojamų vandenyje granuliu gavimo būdui, kuriame:

LT 3915 B

- a) gaunama atskirų mikrokapsulių vandeninė suspensija, susidedanti iš bent vieno netirpaus pesticido polimerinėje plėvelėje, suspenduoto vandeniniame skystyje; ir
- b) gaunami vandeninės suspensijos lašeliai ir nurodyti lašeliai džiovinami purškimu, gaunant daugiausia sferines disperguojamas vandenyje granules, kurių skersmuo yra apytiksliai 150-850 mikronai ir jose yra iki 8,0 masės % drėgmės, be to kiekviena disperguojama vandenyje granulė yra nurodytų mikrokapsulių sandaupa.

Šis išradimas priskiriamas disperguojamų vandenyje granulių gavimo būdui ir disperguojamoms vandenyje granulėms, kurios gaunamos nurodytu būdu. Šio išradimo disperguojamos vandenyje granulės susidaro, agreguojant

5 nedideles mikrokapsules, kurių polimerinėje plėvelėje yra vienas ar daugiau netirpių vandenyje pesticidų, ir gaunant stambias sferines granules.

Kai kuriems žemos lydymosi temperatūros mišiniams (kie-
 10 ta medžiaga/skysta medžiaga), mikrokapsulės (mikrokapsulių gavimas) yra vienintelė priemonė cheminės medžiagos suspensijų, kurias galima būtų purkšti, stabilumui vandenyje palaikyti. Gavus stabilią suspensiją, pesticidiniai mikrokapsulių preparatai, kurie yra van-

15 deninės mikrokapsulių suspensijos, pasižymi daugeliu gerų savybių. Kai kuriais atvejais stebimas sumažėjęs toksiškumas ir pailgėjęs arba prailgintas pesticido kapsulėje veikimas. Daugelis pesticidų greitai suskyla arba išgaruoja, tuo būdu sumažėja medžiagos efek-

20 tyvumas; tokių medžiagų uždarymas į mikrokapsulę gali sustabdyti skilimą. Pesticidinių medžiagų mikrokapsulės taipogi padidina saugumą, naudojant pesticidą. Kadangi pesticidas yra polimeriniame apvalkale, žmogus nesu-

25 siduria tiesiogiai su cheminės medžiagos poveikiu. Dar vienas aktyvios pesticidinės medžiagos mikrokapsulių gavimo privalumas yra tai, kad galima kombinuoti medžiagas, kurios nesimaišo tarpusavyje arba yra nesuderinamos, pavyzdžiui, vandenyje netirpstantys pesticidai su vandenyje tirpstančiais pesticidais arba tirps-

30 tančiomis vandenyje trąšomis.

Skystų produktų atveju, kai vanduo yra kaip suspensuojanti terpė, mikrokapsulių gavimas gali pašalinti tirpiklių trūkumus, kurie susiję su kaina, prieinamumu,

35 degamumu, toksiškumu. Kietų preparatų atveju, kurie gaunami iš tirpalų arba suspensijų, šie privalumai pa-

prastai susiję su procesu, o taip pat galutinio produkto pritaikymu.

5 Technikoje žinomi įvairūs netirpių vandenyje pesticidų mikrokapsulių gavimo būdai tarpfazinės polimerizacijos reakcijos būdu.

10 JAV patentuose Nr. 4360376, 3429827, 3577515 ir 4280833 pateikiama trumpa žinomų metodų santrauka. JAV patente 4280833 aprašomas koncentruotų vandenyje netirpių pesticidinių medžiagų kiekių (480-700 g/litru) mikrokapsulių gavimas. Šios anksčiau nepasiekiamos aukštos koncentracijos gavimas yra ryškus privalumas, taupant energiją, nes, norint paversti skystą kieta medžiaga, 15 reikia pašalinti vandenį.

20 Nors naudinga pesticidines medžiagas uždaryti į kapsules, tačiau taip pat būtina sausų pesticidinių medžiagų turėti. Sausi pesticidiniai preparatai gali būti laikomi ilgą laiką dideliame temperatūrų intervale, nesumažėjant preparato stabilumui. Lengva ir nebrangu atsikratyti konteinerių, kuriuose laikomos sausos pesticidinės medžiagos, nes jie dažniausiai gaminami iš popieriaus, kurį galima saugiai sudeginti, jei visa 25 kieta medžiaga pašalinta iš maišo. Dar geriau naudoti vandenyje tirpstančius plastikinius paketus arba maišus, kuriuose disperguojamos vandenyje granulės arba kitos sausos pesticidų formos saugomos, transportuojamos ir supilamos į vandenį.

30 Galima sumažinti transportavimo išlaidas, nes emulsi-niame koncentrate ir byrančiuose pesticidiniuose preparatuose vandens pagrindu nėra tirpiklio arba vandeninio nešiklio. Įprastos sausų pesticidinių preparatų formos 35 yra suvilgyti milteliai ir granulės. Kiekvieno tipo preparato gavimas yra žinomas.

Techninėje ir patentinėje literatūroje aprašoma daug skirtingų pesticidinių medžiagų kapsulių formų gavimo būdų.

- 5 Bendrai, kapsulėse uždarytas produktas gali būti mikro-kapsulių formos, suspenduotų nešėjo terpėje (homo-
- 10 geninėje terpėje) arba išdžiovintų mikrokapsulių, mil-telių, granulių, mikrogranulių arba disperguojamų vandenyje granulių formos. Aukščiau nurodytų produktų pavyzdžius galima rasti Anglijos patente Nr. 204289 ir sekančiuose JAV patentuose: Nr. 3429827, 4244836, 3737337, 4157983, 4235872 ir 3577515, 4309213.

- 15 Kitos disperguojamų vandenyje produktų ne kapsulėse formos aprašomos JAV patentuose: Nr. 3657446, 3639617, 3954439, 2870059, 3920442, 4151395, 4134725, 4183740 ir 3854981, VFR patente Nr. DT-1642122 ir Pietų Afrikos paraiškoje Nr. 692053.

- 20 Produktai, gaunami aukščiau nurodytų patentų pavyz-džiuose, gali būti išdžiovinami oro sraute, išgarinant, išdžiovinant purškimu ir t.t.

- 25 Dar viena įprasta pesticidinio produkto forma, paminėta aukščiau, yra suvilgyti milteliai, kurių pavyzdžiai pa-teikiami Anglijos patente Nr. 2037585 ir JAV patentuose Nr. 3791811 ir 3731551.

- 30 Geriausiai žinomas pesticidinis suvilgytų miltelių pre-paratas yra tokios formos, kurioje smulkios aukštos ly-dymosi temperatūros kieto kristalinio pesticido dalelės sujungtos su smulkiai sumaltu kietu nešikliu, pavyz-džiui, silikatais arba aliumosilikatais, kuriuose molis yra su viengubu arba dvigubu tinkleliu.

- 35 Paviršiaus aktyvios medžiagos leidžia koncentratą pra-skiesti vandeniu iki laistymui tinkamos koncentracijos,

susidarant stabilioms suspensijoms, kurias galima purkšti. Aukštesnės lydymosi temperatūros kietus pesticidus galima gaminti suvilgytų miltelių formos 60-90% koncentracijos ribose; be to pagrindinis reikalavimas yra tas, kad jie tinkamai chemiškai suderėtų su smulkiai sumaltu kietu nešėju. Žemos lydymosi temperatūros aktyvioms medžiagoms paversti suvilgytais milteliais reikia, kad jas absorbuotų didelio poringumo terpės, tokios kaip diatominė žemė, perlitas arba pramonėje gaunamas silicio dioksidas tokiu laipsniu, kad mišinys pasižymėtų kietos medžiagos savybėmis. Praskiedžiant tokiu būdu, iš esmės sumažėja suvilgytų miltelių koncentracija skysčiuose mažiau negu iki 60%, o įprastą intervalą sudaro 40-50%. Be to, laikant žemos lydymosi temperatūros aktyvias medžiagas aplinkos temperatūroje (pavyzdžiui, -10° - $+50^{\circ}\text{C}$), pasikeičia šių medžiagų fazė, būtent pradeda susidaryti ir augti kristalai, dėl to iškyla susigulėjimo problema, kurios negalima išspręsti, naudojant absorbuojančią medžiagą ir neišmanoma gauti laisvus nesupilusius į gabalą, kietus preparatus, kurių koncentracija būtų daugiau negu 20%. Puikūs tokių chemikalų pavyzdžiai yra alachloras ir triallatas.

Esminis pesticidinių preparatų suvilgytų miltelių formos trūkumas yra tas, kad jie dulka, ir tuo pačiu atsiranda sveikatos apsaugos problemų, jei pesticidinė medžiaga pasižymi dirginančiu poveikiu arba yra toksiinė. Šios problemos iškyla preparato gaminimo metu. Be to suvilgytų miltelių (tankis) yra dažniausiai mažas ir pridėjus vandens, jie nesudrėksta greitai. Problemos, susijusios su suvilgymu, yra pakankamai svarbios, nes tenka ilgą laiką maišyti ir/arba susidaro suvilgytų miltelių gumulėliai vandenyje. Šiuos gumulėlius sunku disperguoti vandenyje, todėl sunku tolygiai paskirstyti pesticidą vandenyje ir sunku pritaikyti pesticidą. Kraštutiniu atveju gumulėliai gali užkimšti purškimo tūtas.

Granuliuotas pesticidinis preparatas yra tokios formos, kurioje iš anksto gautų granulių poros suvilgomos išlydytu pesticidu iš anksto gautų granulių poros suvilgomos išlydytu pesticidu, bet aukštos lydymosi temperatūros medžiagos gali būti aglomeruojamos su inertinėmis miltelių pavidalo medžiagomis, tokiomis kaip molis. Suvilgant aktyvus komponentas turi būti skystas žemesnėje negu apytiksliai 120°C temperatūroje ir turi būti suderintas su skystu nešėju, kuris skystos ir kietos medžiagos sumaišymo operacijos metu gali pagauti ištirpusius arba suspenduotus aktyvius komponentus į granulių poras. Įprasti granulių nešikliai yra molis, atapulgitas, bentonitas, sepiolitas ir kt.

Granuliuoti pesticidai, kuriuose yra aukštos lydymosi temperatūros kietų medžiagų, gali būti gauti ekstruzijos, aglomeracijos būdu arba padengiant branduolį.

Kai kurių įprastų pesticidinių preparatų granulių formos trūkumas yra tas, kad visas aktyvaus pesticido, padengusio granulę kiekis, įskaitant nešiklį, dozuoiant įrenginį ir efektyvumą, sudaro 5-25%. Tokie maži apkrovimai padidina granulių sąnaudas. Aukščiau minėti trūkumai ir papildomos išlaidos, susijungusios su atskiru įrenginiu granulėms, ekonomiškai riboja granulių pritaikymą.

Susigulėjimas ir sulipimas gali tapti problema, jei aktyvi pesticidinė medžiaga laisvai migruoja granulių paviršiuje, darydama jas "lipniomis". Pagaliau, daugelio granulių forma yra netaisyklinga, todėl jos trinasi viena į kitą laikymo metu ir jos dulka.

Nors, kaip parodyta aukščiau, disperguojamos vandenyje granulės yra iš esmės žinomos ir gaunamos pramonėje jau kurį laiką, šiame išradime pateikiama ekonominė priemonė, gaunant cheminių medžiagų ir jų kombinacijų dis-

perguojamas vandenyje granules, kurių lydymosi inter-
valas yra labai platus, įskaitant žemos lydymosi tem-
peratūros medžiagas. Šio išradimo procese pateikiamas
labai geros struktūros ir fizinių savybių granulių ga-
vimas ir preparatai, gauti pagal šį procesą.

Žemiau bus paaiškinama plačiau, kad svarbi šio išradimo
disperguojamų vandenyje granulių dalis - tai daugelio
mažų polimerinių mikrokapsulių, kuriose yra netirps-
tančio vandenyje pesticido, sanakaupa arba agregatas.

Disperguojamų vandenyje granulių geometrija ir sąstatas
leidžia joms laisvai byrėti ir santykinai nedulkėti.
Kadangi aktyvi pesticidinė medžiaga yra kapsulėje, tai
disperguojamos vandenyje granulės nėra pavojingos jas
naudojant.

Dar vienas disperguojamų vandenyje mikrokapsulių priva-
lumas yra tas, kad laikant daugelį pesticidų paketuose,
antagonistinis veikimas tarp pesticidų sumažėja arba
visai išnyksta dėl to, kad pesticidas yra kapsulėje.

Šio išradimo disperguojamų vandenyje granulių (tankis)
yra pakankamai didelis, todėl jos lengvai sudrėksta,
pridėjus jų į purškimo talpas su vandeniu; šiuo atveju
pašalinamos suvilgymo arba granulių susidarymo prob-
lemos.

Supylus disperguojamas vandenyje granules į vandenį,
pastarosios grįžta į savo pradinį būvį, o tai reiškia,
kad stambūs agregatai disocijuoja arba susiskaido į ma-
žas atskiras mikrokapsules, kurios disperguojasi van-
dentyje iki pradinio dar neaglomeruoto būvio. Kadangi
pesticidas yra kapsulėje, galima žymiai padidinti akty-
vaus komponento kiekį disperguojamoje vandenyje granu-
lėje, t. y. iki 65-95% aktyvios pesticidinės medžiagos,
palyginus su maksimaliu 50% kiekiu pramoniniu būdu

gaunamose granulėse. Be to tokį pesticidą kapsulėje galima vartoti kartu su vandeniniais tirpalais, pavyzdžiui, skystų trąšų tirpalais, kurie gali būti antagonistiniai neuždarytam į kapsulę pesticidui.

5

Pagal vieną iš išradimo tikslų, šis išradimas priskiriamas pesticidinei kompozicijai, apimančiai disperguojamas vandenyje granules ir jos preparatams. Šio išradimo granulės - tai daugiausia sferiniai diskretinių mikro kapsulių, kuriose yra netirpūs vandenyje pesticidai, agregatai. Visa granulių masė yra laisvai byranti, palyginus nedulkanti, nesusigulinti ir iš karto disperguojasi vandeninėje terpėje.

15

Disperguojamos vandenyje granulės apima daugelio individualių, daugiausia sferinių vieno arba daugiau netirpių vandenyje pesticidų, esančių polimeriniame apvalkale mikro kapsulių, pagalbinių priedų, pagerinančių preparatų veikimą, ir ne daugiau, negu apytiksliai 8 masės % vandens agregatus.

20

Kontaktuojant su vandenine terpe, granulės dezintegruojasi ir išlaisvinamas individualios mikro kapsulės, kurios tolygiai disperguojasi nurodytoje vandeninėje terpėje.

25

Optimalus disperguojamų vandenyje granulių dalelių pasiskirstymas pagal dydį turi būti toks, kad apytiksliai 90-95% granulių skersmuo būtų apytiksliai 180-420 mikronų intervale, nors patenkinamai funkcionuoja ir didesnių dalelių granulės - apytiksliai 850 mikronų; vienok, didesnės dalelės lėčiau grįžta į pradinį būvį. Dėl mažesnių negu 150 mikronų dalelių agregatų gali atsirasti vėjo siurblių, byrėjimo sausame būvyje ir suvilgymo problemų. Tipiškas dalelių pasiskirstymas pagal dydį granulėse:

30

35

70-75% praeina per 40 mešų sieta ir yra sulaikomas
60 mešų sieta (standartiniai JAV sietai); t.y.
40/60 prasijojama sieta; 420-250 mikronų;

5 20-15% 60/80 sieta; 250-180 mikronų;

8-9% 80/100 sieta; 180-150 mikronų;

2-1 % mažiau, negu 150 mikronų;

10

Drėgmė disperguojamose vandenyje granulėse turi sudaryti maksimaliai 0,1-8%, geriau ne daugiau 4% o geriausiai 1-2 masės %.

15 Disperguojamų vandenyje granulių tūrio svoris turi būti atitinkamas, apytiksliai 23-96 kg/m³, geriau apytiksliai 48-96 kg/m³, optimaliai - apytiksliai 56-72 kg/m³.

20 Pagal kitą iš išradimo tikslų, išradimas priskiriamas aukščiau aprašytų disperguojamų vandenyje granulių agregatų su būtinais pagalbiniais priedais preparatams, įskaitant emulgatorių, rišančias, disperguojančias medžiagas, funkcionuojančias arba atskiriančias medžiagas, medžiagas, neleidžiančias sulipti ir kt., kurios

25 atskiria arba sukuria tiltelinį ryšį tarp mikrokapsulių nurodytose granulėse ir tarp pačių agreguotų granulių, tuo būdu neleidžia susilydyti aglomeruotis arba susigulėti ir susitrinti tarpusavyje agreguotoje masėje saugojimo metu. Taikant pagalbines medžiagas prepa-

30 ratams, svarbiausia, kad rišančia/disperguojančia medžiaga būtų neorganinė druska, pavyzdžiui, chloridas, nitratas arba amonio sulfatas arba šarminio, ar šarminio žemės metalo, kaip natris, kalis arba kalcis, cinkas, varis, manganas arba magnis, druska tuo tikslu,

35 kad, sumaišius su vandeniu., agregatai grįžtų į pardinį būvį.

Greitas vandens pašalinimas džiovinant purškimu iki minimumo sumažina komponentų migraciją ir, tuo būdu, atskiriančių medžiagų pasiskirstymas tarp mikrogranulių išlieka homogeniškas.

5

Šio išradimo preparatai apima vieną ar daugiau pesticidų, pavyzdžiui, herbicidų, fungicidų, insekticidų ir kt. kapsulėse susidarančius disperguojamas vandenyje granules. Pesticido koncentracija turi būti bent pakankama, kad būtų pesticidiškai efektyvi, ir sudaro iki 90% nurodytų granulių masės. Tinkamas koncentracijų intervalas yra 0,1-90%, o tipišku atveju sudaro 5-80 masės %.

15

Šiame išradime taip pat numatomas garantuojančių saugumą medžiagų arba herbicidų antidotų įvedimas į kapsulę su herbicidais.

20

Pagal dar vieną iš tikslų šis išradimas priskiriamas aukščiau aprašytų disperguojamų vandenyje granulių gavimo būdui, kuriame:

25

a) gaunama vandeninė suspensija, kurioje bent vienas netirpus vandenyje pesticidas, esantis polimerinio apvalkalo kapsulėje, yra suspenduotas vandeniniame tirpale; ir

30

b) sudaromi nurodytos vandeninės suspensijos lašeliai ir nurodyti lašeliai džiovinami purškimu, gaunant disperguojamas vandenyje aukščiau aprašytos struktūros ir sudėties granules.

35

Pagal pirmą aspektą šis išradimas skiriamas aukščiau aprašytai disperguojamų vandenyje granulių pesticidinei kompozicijai gauti.

Anksčiau jau minėta, kad pagal dar kitą aspektą šis išradimas priskiriamas preparatams, kurių sudėtyje yra nurodytų granulių su pagalbiniais priedais agregatai.

- 5 Terminas "agregatas" reiškia atskirų mažų sferinių mikrokapsulių susikaupimą arba agregavimąsi į stambesnes dažnai sferines daleles, kurios čia vadinamos disperguojančiomis vandenyje granulėmis. Supylus sausas, laisvai byrančias disperguojamas vandenyje granules
10 (agregatus) į vandenį, jos išsisklaido vėl į individualias sferines mikrokapsules, kuriose yra netirpaus vandenyje pesticido. Šios mikrokapsulės disperguojamos vandenyje, gaunant suspensiją, t. y. kietas medžiagas, disperguotas vandeniniame tirpale.
- 15 Terminas "sausos" arba "sausos birios" reiškia disperguojamas vandenyje granules, kuriose drėgmė sudaro ne daugiau 8 masės %.
- 20 Charakteristika "laisvai byrančios" reiškia, kad disperguojamos vandenyje granulės iš esmės nesusiguli arba nesusilydo tarpusavyje ir jas galima laisvai perpilti, pavyzdžiui, iš vieno konteinerio į kitą.
- 25 Sausos, laisvai byrančios šio išradimo disperguojamos vandenyje granulės gaunamos džiovinant vandeninę suspensiją, kurios mikrokapsulių polimeriniame apvalkale yra vienas arba daugiau netirpių vandenyje pesticidų, purškimu. Nurodytos vandeninės suspensijos lašeliai,
30 kur kiekviename iš jų yra daug mikrokapsulių, džiovinami purškimu. Be to, šalinant vandenį iš kiekvieno lašelio, susidaro daugiausia sferinis "agregatas", čia vadinamas disperguojama vandenyje granule.
- 35 Terminas "vandeninė suspensija" priskiriamas dvifazei sistemai, kurioje kietos dalelės, t.y. smulkios sferinės mikrokapsulės su netirpiu vandenyje pesticidu (-ais)

yra suspenduotos vandeninėje (ištisinėje) skystoje fazėje. Vandeninėje suspensijoje be mikrokapsulių ir emulgatoriaus, kuris naudojamas mikrokapsulių gavimo procese, gali būti nedideli kiekiai kitų tirpių vandenyje medžiagų, pavyzdžiui, druskų, emulgatorių, disperguojančių medžiagų, žemesnis alkilenglikolis ir t.t., ir smulkiai sumaltų kietų medžiagų, pavyzdžiui, molio ir silicio dioksido. Tos medžiagos plačiau aprašomos žemiau.

10

Mažos individualios mikrokapsulės išlieka diskretinėmis, individualiomis sferinėmis dalelėmis, kurios atskirtos viena nuo kitos ir surištos viena su kita plono sluoksnio druskų ir emulgatoriaus tinkleliu, kuris išlieka, greitai pašalinant vandenį iš vandeninės suspensijos.

15

Tokiu būdu, džiovinimo proceso purškimu privalumas, gaunant agregatus, yra tas, kad skiriamosios medžiagos nemigruoja ir išlieka tarp granulių. Dar svarbesnėmis separuojančiomis (atskiriančiomis) pagalbinėmis medžiagomis yra neorganinės druskos, tokios kaip natrio chloridas, kalio chloridas, kalcio chloridas ir amonio sulfatas ir nedidelis hidratacinio vandens kiekis. Kitos atskiriančios arba separuojančios medžiagos apima paviršiaus - aktyvias medžiagas, tirpius vandenyje polimerus, aukštesnius alkoholius ir kitus vandenyje tirpius arba disperguotus komponentus. Dar viena gera atskyrimo priemonė yra žemesnės negu granulės apvalkalo lydymosi temperatūra džiovinimo temperatūros purškiant palaikymas.

20

25

30

Tai galima gauti, kombinuojant išeinančio iš purškimo bokšto produkto temperatūrą, drėgmę ir produkto padavimo būdą. Pavyzdžiui, paduodant produktą pagal priešpriešinės srovės principą ir esant 1-3 masės % drėgmei, išėjimo temperatūra turėtų būti apytiksliai 122-149°C,

35

arba, esant 8-10% drėgmei, temperatūra gali būti 93-121°C.

Yra žinomi keli pesticidinių medžiagų mikrokapsulių gavimo būdai, pavyzdžiui ("Mikrokapsulių gavimo procesai ir jų taikymas", Jan E. Vandergajer, 1974, Plenus Press, Niujorkas ir Londonas). Tokie procesai apima koacervacinį kapsulių gavimo būdą, tarpfazinį kondensacinį polimerizavimą ir plėvelės padengimą iš verdančio sluoksnio. Tinkamas šiuo atveju yra mikrokapsulių gavimas tarpfaziniu polikondensavimo būdu ir ypač būdas, aprašytas JAV patente 4280833, o taip pat paraiškoje 619752 1984 m. birželio 12 d., paraiškoje 655827 1984 m. spalio 1 d., ir 566108 1983 m. gruodžio 27 d.; visose aprašomas koncentruotų kiekių netirpių vandenyje pesticidų kapsulių gavimas, t.y. daugiau, negu 480 gramų netirpios vandenyje medžiagos litrai visos kompozicijos. Esant didelei koncentracijai, mikrokapsulės gaunamos, naudojant specialius emulgatorius ir šios didelės pradinės koncentracijos yra naudingos, gaunant sausą produktą energijos bei proceso požiūriu.

Konkrečiau, mikrokapsulių gavimas tarpfazinio kondensacinio polimerizavimo būdu apima nesimaišančios su vandeniu medžiagos uždarymą į kapsulę iš polikondensato plėvelės, pavyzdžiui, polikarbomido, poliamido, polisulfonamido, poliesterio, polikarbonato arba poliuretano:

1) gaunant vandeninį emulgatoriaus tirpalą, sudarantį pastovią riebalų emulsiją vandenyje, kai koncentruoti skysčio kiekiai diskretinėje fazėje yra kartu su skystiu ištisinėje arba vandeninėje fazėje;

2) gaunant organinėje arba grižtamoje (diskretinėje) fazėje, susidedančioje daugiausia iš netirpios vande-

nyje pesticido (medžiagos, uždaromos į kapsulę) su ištirpintu jame pirmu plėvelės monomeru, tirpala;

3) sumaišant grįžtamos fazės tirpalą su vandenine faze
5 ir gaunant grįžtamos fazės tirpalo lašelių dispersiją vandeninėje fazėje, t.y. susidaro riebalų emulsija vandenyje;

4) pridedant į riebalų emulsiją vandenyje dar vieną,
10 pastoviai maišomą su vandeniu, plėvelės monomerą;

5) reaguojant antram plėvelės monomerui su pirmu monomeru, ir gaunant polimerinę plėvelės sienelę apie nesimaišanti su vandeniu pesticidą.

15

Pasibaigus kapsulių susidarymo reakcijai, gaunama dvifazė vandeninė suspensija, kurioje kietos dalelės (mikrokapsulės) yra suspenduotos vandeniniame tirpale (ištisinėje fazėje). Be kietų dalelių vandeniniame tirpale
20 yra emulgatoriaus, kuris buvo naudojamas kapsulių gavimo procese. Be to, į vandeninę suspensiją galima pridėti papildomų skirtingų medžiagų, kurios palengvina džiovinimo purškimo procesą, arba kurios palengvina disperguojamų vandenyje granulių skilimą, supylus jas į
25 vandenį arba pagerina atsparumo susigulėjimui, dulketumui, tvirtumo arba išdžiovintų purškimo granulių byrėjimo charakteristikas. Tokios medžiagos čia vadinamos "pagalbiniais suspensijos priedais" arba "pagalbiniais aglomeracijos priedais" išdžiovintoms purškimo
30 granulėms.

Terminui "pagalbiniai suspensijos priedai" priskiriamos bet kurios medžiagos, pridedamos į vandeninę suspensiją, kurios palengvina vandeninės suspensijos džiovinimo purškimo procesą, arba kurios palengvina disperguojamų vandenyje granulių skilimą, supylus jas į
35 vandenį, arba pagerina patvarumą sausame būvyje ir

kitas granulių charakteristikas. Taikomi suspensijos ir aglomeracijos pagalbiniai priedai apima tirpias vandenyje druskas, pavyzdžiui, amonio sulfatą, natrio chloridą, kalcio chloridą, vandenyje tirpius emulgatorius arba polimerus, pavyzdžiui, polivinilpirolidoną (PVP), polivinilo alkoholi (PVA), elektrolitus, gamtinės dervas ir kitus priedus, tokius kaip vandenyje tirpūs alkilenglikoliai, smulkiai sumaltos kietos dalelės, pavyzdžiui, molis arba silicio dioksidai.

10

Vandenyje netirpiu pesticidu (arba pesticidais), kaip aktyvia disperguojamų vandenyje granulių medžiaga, kuri padengiama kapsule, gali būti bet koks tinkamas skystas, riebus, kietas besilydantis arba tirpus tirpiklyje pesticidas, kuriame gali ištirpti pirmas plėvelės sienelės monomeras ir kuris nereaguoja su juo. Tokie nesimaišantys su vandeniu pesticidai apima sekančius herbicidus, pavyzdžiui, α -chlor-2', 6'-dietil-N-metoksimetilacetanilidą (paprastai žinomas, kaip alachloras), N-butoksimetil- α -chlor 2',6'-dietilacetanilidą (paprastai žinomas, kaip butachloras), 2'-metil-6'-etil-N-(I-metoksi-prop-2-il)-2-chloracetanilidą (žinomas, kaip metachloras), 2'-tret-butyl-2-chlor-N-metoksimetil-6'-metilacetanilidą, α -chlor-N-(2-metoksi 6-metil-fenil)-N-(I-metiletoksimetil) acetamidą, α -chlor-N-(etoksimetil)-N-[2-metil-6-(tirfluormetil)-fenil]-acetamidą, α -chlor-N-metil-N-[2-metil-6-(3-metil-butoksi) fenil]-acetamidą, α -chlor-N-metil-N-(2-metil-6-propoksifenil) acetamidą, N-(2-butoksi-6-metilfenil)- α -chlor-N-metilacetamidą, (2,4-dichlorfenoksi) acto rūgšties izobutilo esterį, 2-chlor-N-(etoksimetil)-6'-etil-orto-acetotoluididą (plačiai žinomas, kaip acetochloridas), I-(I-cikloheksen-I-il)-3-(2-fluorfelin)-I-metilkarbamidą, S-2,3,3-trichloralil-diizopropiltri-chloralil-diizopropil-tiokarbamatą (plačiai žinomas, kaip trialatas), S-3,2-dichloralildiizopropil-tiokarbamatą (plačiai žinomas, kaip dialatas), α,α,α -trifluor-

35

2,6-dinitro-N,N-dipropilpara-toluidiną (plačiai žinomas, kaip trifluralinas).

Kai kurių aukštos lydymosi temperatūros herbicidų, pavyzdžiui, N-(3,4-dichlorfenil)-N'-metoksi-N'-metil-karbamido (žinomo, kaip linuronas), 4-amino-6-tret-butil-3-(metiltio-ac-triazin-5-(4H)-onas (žinomas, kaip metribuzinas), negalima tiesiogiai uždaryti į kapsules; pirmiausiai juos reikia ištirpinti netirpaus ko-pesticido pagalba, o po to uždaryti į kapsulę.

Tinkamų apsauginių medžiagų (antidodų), kurios ypač tinka naudoti su herbicidais, pavyzdžiai apima, pavyzdžiui, 5-tiazol-karboninę rūgštį, 2-chlor-4-(trifluormetil), (fenilmetilo) esterį (įprastas pavadinimas "flurazolas"), N- α,α -dichlor-acetil-I-oksa-4-azaspiro [4,5] dekaną ("AD-67"), N- α,α -dichloracetil-N,N-dialil-acetamidą, N- α,α -dichloracetil-2,2-dimetil-1,3-oksazolidiną, N- α,α -dichloracetil-2,2,2,-trimetil-1,3-oksazolidiną, α -[-(cianometoksi) imino] benzolacetonitrilą, α -[(1,3-dioksipiran-2-il-metoksi)-imino] benzolacetonitrilą ir panašius.

Herbicidas kapsulėje taip pat gali turėti insekticidų ir/arba fungicidų, kaip ko-pesticidų. Vienok, pastarieji pesticidai gali būti tik pakankamai žemos lydymosi temperatūros pesticidai, geriau apytiksliai žemiau 50°C, bet veikiantys ir plius arba minus 10-15°C temperatūroje, t.y. 40-65°C, vieni arba kartu su bendrais pesticidais (bendru pesticidu). Charakteringi insekticidai apima, pavyzdžiui, malationą, bromofosą, metil- ir etilparationą, diazinoną ir kt. Geresni žemos lydymosi temperatūros fungicidai apima, pavyzdžiui, buperimata, dinokata, edifenfosą, terizolą, Dausaid-A ir pirazofosą.

Nėra būtina, kad esantys kapsulėje netirpūs vandenyje pesticidai būtų vieno tipo, tai gali būti dviejų arba daugiau skirtingų tipų netirpių vandenyje pesticidų deriniai, pavyzdžiui, tokiu deriniu gali būti vieno
 5 aktyvaus herbicido kombinacija su dar vienu aktyviu herbicidu, arba aktyvaus herbicido arba bet kokio kito biocido tipo, arba augimo reguliatoriaus, antidoto kombinacija su ir/arba aktyviu insekticidu. Norint gauti aukštos lydymosi temperatūros kietų medžiagų mikrokapsules,
 10 pirmiausia jas reikia ištirpinti dar viename skystame aktyviame komponente. Aukšto lydymosi temperatūrų kietų medžiagų mikrokapsulių gavimas apsiri- boja tos kietos medžiagos tirpumu skystyje kapsulių susidarymo temperatūroje.

15 Kapsulių gavimo procese tarpfazinio kondensavimo būdu, netirpus vandenyje pesticidas su ištirpusiu jame pirmu apvalkalo monomeru apima organinės arba grįžtamos fazės skystį. Nesimaišantis su vandeniu pesticidas veikia
 20 pirmą apvalkalo monomerą kaip tirpiklis ir, tokiu būdu, nereikia naudoti kitų nesimaišančių su vandeniu organinių tirpiklių ir galima gauti galutinį koncentruotą netirpų vandenyje pesticido produktą kapsulėje. Netirpus vandenyje pesticidas ir pirmas apvalkalo kom-
 25 ponentas sumaišomi iš anksto, prieš supilant į vandeninę fazę. Gaunamas grįžtamos fazės homogeninis skystis, kuris sujungiamas su vandenine faze ir emulguojamas vandeninėje fazėje, gaunant riebalinę emulsiją vandenyje.

30 Pradinė netirpaus vandenyje pesticido koncentracija grįžtamoje fazėje turi būti pakankama, bent 300 g netirpaus vandenyje pesticido litrui vandeninės suspensijos gauti. Vienok, ji jokia būdu neribojama ir galima
 35 naudoti didesnius kiekius. Šios srities specialistai žino, kad, naudojant per dideles netirpaus vandenyje pesticido koncentracijas, gaunamos labai tirštos mikro-

kapsulių suspensijos. Bendru atveju, netirpaus vandenyje pesticido koncentracija yra 400-700 g/l vandeninės suspensijos ribose. Geriausias yra apytiksliai 480-600 g/l vandeninės suspensijos intervalas.

5

Terminas "pirmas apvalkalo monomeras" priskiriamas medžiagai arba medžiagų mišiniui, kuris tirpsta kapsulėje esančioje medžiagoje ir kuris gali reaguoti su antru apvalkalo monomeru, sudarydamas polimerinę plėvelę apie kapsulėje esančią medžiagą. Jau anksčiau minėta, kad į kapsulę įvedama medžiaga kartu su pirmu plėvelės monomeru sudaro grįžtamą arba organinę skystą fazę.

10

Terminas "antras arba dar vienas apvalkalo monomeras" priskiriamas tirpiajai vandenyje medžiagai, t.y. medžiagai, kuri tirpsta vandeninėje skystoje fazėje ir kuri reaguoja su pirmu apvalkalo monomeru, gaunant polikondensacinę plėvelę apie medžiagą, įvedamą į kapsulę.

15

20

I lentelėje pateikiami skirtingi polikondensacinių plėvelių tipai, kurie gaunami čia aprašomame kapsulių susidarymo procese naudojant skirtingus pirmą ir antrą plėvelės monomeras.

25

I lentelė

Pirmas plėvelės komponentas	Antras plėvelės komponentas	Polimerinė plėvelė
di- arba polirūgšties chlorhidratai	diaminas arba poliaminas	poliamidas
dichlorformiatai arba polichlorformiatai	diaminas arba poliaminas	poliuretanai
diizocianatai arba poliizocianatai	dioliai arba polioliai	poliuretanai

I lentelė (tęsinys)

Pirmas plėvelės komponentas	Antras plėvelės komponentas	Polimerinė plėvelė
disulfonil- arba poli- sulfonil-chloridai	diaminas arba po- liaminas	polisulfonami- das
diizocianatai arba po- liizocianatai	diaminas arba po- liaminas	polikarbami- das
di- arba polirūgšties chloranhidridai	dioliai arba po- lioliai	poliesteris
dichlorformiatai arba polichlorformiatai	dioliai arba po- lioliai	polikarbonatas

- 5 Tinkamų rūgštinių difunkcinių plėvelių monomerų pa-
vyzdžiai apima sebakoilchloridą, etilen-bis-chlorfor-
miatą, fosgeną, teraftaloilchloridą, adipoilchloridą,
azelabilchloridą (acelaino rūgšties chloranhidridą),
dodekanodiono rūgšties chloranhidridą, dimerinį rūgš-
ties chloranhidridą ir 1,3-benzolsulfonildichloridą.
- 10 Tokio tipo polifunkciniai junginiai apima trime-
zoilchloridą, 1,2,4,5-benzentetrarūgšties chloranhi-
dridą, 1,3,5-benzen-trisulfonilchloridą, trimerinės
rūgšties chloranhidridą, citrinos rūgšties chloran-
hidridą ir 1,3,5-benzen-trichlorformiatą. Tarpiniai
- 15 junginiai, analogiškai tinkami organinėje arba grįž-
tamoje fazėje apima taip pat diizocianatus ir poli-
izocianatus, pavyzdžiui, toluoldiizocianatą, hekso-
metilen-diizocianatą metilen-difenilizocianatą ir poli-
metilen-polifenilizocianatą. Geriausi iš išvardintų
- 20 poliizocianatų, kurie yra gaunami komerciniu būdu, yra
polimetilen-polifenilizocianatai, tokie kaip PAPI^(R) ir
PAPI-135^(R) (užregistruoti firmos Arjon Company prekių
ženklai) ir Mondur - MP^(R) (užregistruotas Mobai
Chemical Company prekės ženklas).

Tinkamų diolių, kaip tarpinių produktų vandeninėje fazėje pavyzdžiai apima bisfenolį A [2,2-bis .-/p,p - dioksi-difenil/ propaną], hidrohinoaną, rezorcinoą, katechinoą ir skirtingus glikolius, tokius kaip etilenglikolis, pentandiolis, heksandiolis, dodekandiolis, 1,4-butandiolis ir kiti. Šio tipo polifunkciniai alkoholiai, pavyzdžiui, triolai, apima pirogalolą (1,2,3-benzoltriolą), fluoroglicino dihidrata, pentaertritą, trimetilolpropaną, direzorcinoą ir tetrahidrooksichinonoą, 1,4,9,10-tetrahidroksiantracenoą, 3,4-dihidroksiantranolą.

Tinkami diaminai ir poliaminai, jeigu jie įvedami į vandeninę fazę, pasirenkami, kaip savaime tirpūs arba kaip vandenyje tirpios druskos. Tokių diaminų pavyzdžiai apima polimetilendiaminus, fenilendiaminus, polioldiaminus, dietilentriaminus ir piperazinoą. Aminai, kurie efektyvūs kaip polifunkciniai reagentai apima, pavyzdžiui, 1,3,5-benzen-triamintrihiidrochloridą, 2,4,6-triaminotolueno trihiidrochloridą, polietileniminą, 1,3,6-triaminonaftaliną, 3,4,5-triamino-1,2,4-triazolą, melaminą ir 2,4,5,8-tetraminoantrachinoą. Aminų, kurių funkcionalumas didesnis už 2, bet mažesnis už 3, ir kurie tam tikru laipsniu gali dalyvauti plėvelės sienelių sukabinime, pavyzdžiai apima polialkilenpoliaminus, pavyzdžiui, tetraetilenpentaminą, pentaetilenheksaminą ir t.t. Ypatingai geri yra polifunkciniai aminai, kurie gali reaguoti su polimetilenpolifenilizocianatu, susidarant polikarbamidinei plėvelei. Polifunkciniai aminai turi būti tirpios vandenyje druskos formos. Tinkamų naudoti šiame išradime polifunkcinių aminų pavyzdžiai apima sekančius, bet neapsiriboja jais: etilendiaminas, propilendiaminas, izopropilendiaminas, heksametilendiaminas, toluoldiaminas, etendiaminas, trietilenteraminas, tetraetilenpentaminas, pentaetilenheksaminas, dietilentriaminas, bis-heksametilentriaminas ir t.t. Aminus galima

naudoti vienus arba junginyje vienas su kitu, geriau su 1,6-heksametilendiaminu (HMDA). 1,6-Hexametilendiaminas tinkamas naudoti šio išradimo procese.

- 5 Pirmas plėvelės monomeras ir antras plėvelės monomeras sudaro plėvelę, kuri apsupa arba įveda netirpų vandenyje pesticidą į kapsulę. Kapsulės plėvelė gali sudaryti 5-30%, geriau 6-20%, ir geriausiai - 7-10 sv. % vandenyje netirpaus pesticido.
- 10 Pirmo ir antro procese naudojamo monomero kiekis nustatomas pagal procentinę plėvelės sudėtį. Bendru atveju, pagal netirpaus vandenyje pesticido, dalyvaujančio reakcijoje, svorį, pirmas monomeras sudaro 3,5-21,0 sv. %, o antras monomeras - 1,5-9,0 sv. %.
- 15

Norint gauti 400-700 g/l nesimaišančio su vandeniu pesticido kapsulių, būtina naudoti specialius emulgatorius stabiliai riebalų emulsijai vandenyje gauti.

20 Emulguojančios medžiagos, naudojamos koncentruotiems netirpaus vandenyje pesticido kiekiams įvesti į kapsulę, apima:

I. Vandenyje tirpias lignosulfonato druskas, pavyzdžiui, natrio, kalio, magnio, kalcio arba amonio. Šiame išradime geriau naudoti lignosulfonato natrio druską. Taip pat galima naudoti gaunamą pramoniniu būdu lignosulfonato druską, be pridėtos į ją paviršiaus - aktyvios medžiagos. Pramoniniu būdu gaunami ir čia naudojami emulgatoriai apima: Treaksa^(R), LTS, LTK ir LTM, atitinkamai, kalio, magnio ir natrio lignosulfonato druskas (50% vandens tirpalus) (Skott Paiper Co., Forest Chemical Products); Maraspersą CR^(R) ir Maraspersą CBOS-3^(R), natrio lignosulfonata ir Maraspersą C21^(R), kalcio sulfonata, (Reed' Lignin Co), Polifoną O^(R), Polifoną T^(R), Reaksą 88 B^(R), Reaksą 85 B^(R), lignosulfonato natrio druskas (Vestvaco Polychemicals).

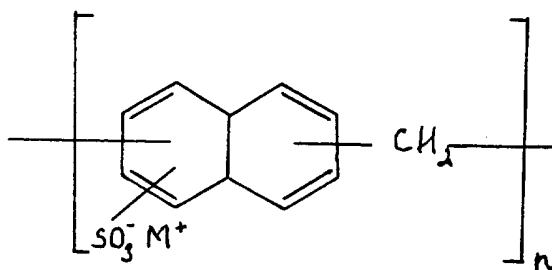
25

30

35

2. Sulfonintus naftalen - formaldehidinius kondensatus, kurių formulė:

5

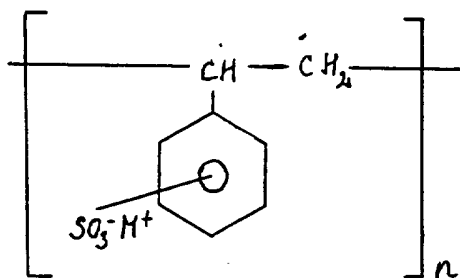


10

kur h yra 2 arba 3, o M yra šarminio arba žemės šarminio metalo katijonas. Pramoniniu būdu gaunami produktai apima Tamolą^(R) SN, kondensuotos naftalen - sulforūgšties natrio druską (Rom and Haas Company Philadelphia, PA 19105); "Daksadą" IIG, 16, 17, ir 19, polimerizuotos alkilnaftalensulforūgšties natrio druską (firma V.R.Grace and Company, organinių chemikalu padalinys, Leksingtonas, ME 02173); "Blankolą" N, sulfoninto naftalen-formaldehidinio kondensato natrio druską (firma GAF Corporation chemical products, 140 West, 51-st Street, New-York, NI 10020).

3. Sulfonintus polistirenus, kurių molekulinis svoris apytiksliai didesnis už 1000, o ekvivalentinis svoris pagal rūgštinę grupę apytiksliai 150-750, kaip, pavyzdžiui, sulfoninti polistirenai, kurių formulė:

30



35

kur n daugiau už 5, o M yra šarminio arba žemės šarminio metalo kationas. Pramoniniu būdu gaunami tokių medžiagų pavyzdžiai apima Versta^(R) TL 500 ir TL 600, sulfonintą polistireną (firma National Starch and chemical corporation, 10 Finedane aveniu, Bridgewater, New-Jersey 08807).

4. Vandenyje tirpų alkilintą polivinilpirolidino (PVP) polimerą, pavyzdžiui, Ganeksa^(R) P-904, kurio vidutinis molekulinis svoris 16000 ir kuris pagal svorį yra 10% butilintas - PVP polimeras (firma KAF Corp. Chemical Products, 140 W. 51 st., New-York, NI 10020). JAV patentuose Nr. 3417054 ir 3423381 aprašomas tokių alkilintų PVP polimerų gavimas. Nealkilintų PVP polimerų, kuriuos galima sumaišyti su alkilintais PVP polimerais vandenyje tirpiam PVP mišiniui gauti, kuriame proceso metu susidaro stabili riebalų emulsija vandenyje, pavyzdžiai apima Ganeksa^(R) K-15, K-30 ir K-90, kurių vidutiniai molekuliniai svoriai atitinkamai, 10000, 40000 ir 360000 (GaF Corporation).

Emulgatoriaus koncentracija sudaro apytiksliai 0,5-15%, atskiru atveju 2-6 masės % nesimaišančios su vandeniu medžiagos, o geriausiu atveju 2-4%, ypač gerai, kai jo koncentracija sudaro 2 masės % nesimaišančio su vandeniu pesticido.

Vykdamas čia aprašytą kapsulių gavimo procesą, temperatūra turi būti aukštesnė už vandenyje netirpaus pesticido lydymosi temperatūrą, bet žemesnė už temperatūrą, kurioje monomeras grįžtamoje fazėje hidrolizuotųsi arba suirtų kitu būdu. Pavyzdžiui, būtina herbicidą pakaitinti iki lydymosi. Herbicidas alachloras, pavyzdžiui, lydosi 39,5-41,5°C temperatūroje, todėl proceso temperatūra turi būti atitinkamai 42-45°C.

- Maišyti, gaunant grįžtamos fazės lašelių dispersiją vandeninėje fazėje, galima bet kokiomis priemonėmis, kurių dėka galima gauti didelį tinkamo laipsnio poslinkį, būtent bet kokia maišymo aparatūra kintamam poslinkiui gauti. Tai gali būti, pavydžiui, maišytuvus homogenizatorius Brinkman Politron, homogenizatorius Ros (Modelis 100 L), Tekmar ir t.t.; šiuos įrenginius galima naudoti maišymui.
- 10 Mikroapsulių dalelių dydis ir kitų pesticidinių komponentų dydis svyruoja 1-100 mikronų ribose. Optimalios yra 1-10 mikronų dalelės.
- 15 "Žaliavą" džiovinimui purškimu sudaro vandeninė mikrokapsulių suspensija ir pagalbiniai priedai aglomeracijai. Žaliavos lašeliai džiovinami purškimu bokšte, gaunant šio išradimo disperguojamas vandenyje granules. Lašeliai susidaro, naudojant žinomas purškimo tūtas. Tūta atlieka dvi pagrindines funkcijas:
- 20 1. Purškia arba suskaido vandeninę suspensiją norimo dydžio lašeliais, ir
- 25 2. Paskirsto tuos lašelius bokšte ypatingu būdu.
- 30 Vandenei suspensijai purkšti bokšte, kuriame vyksta džiovinimas purškimu, naudojama atitinkama tūta arba antgalis. Paprastai naudojama tuščiavidurė kūginė tūta vienam aukščiau aprašytam tokios terpės (skysčio) tipo srautui paduoti, tuo būdu gaunami stambūs vienodi lašeliai. Pašalinant vandenį iš kiekvieno lašelio, susidaro agregatas, susidedantis iš mažų smulkių mikrokapsulių, asocijuotų kartu su plonu pagalbiniu suspensijos priedo sluoksniu, tolygiai pasiskirsčiusiu tarp kapsulių. Visas džiovinimo procesas gali vykti džiovinimo purškimu bokšte; vienok, norint išvengti agregatų perkaitimo, kada gaunamas disperguojamos vandenyje

granulės nebedisocijuoja, supiltos į vandenį, galutinėje stadijoje galima džiovinti pakartotinai.

5 Geriausiai antroje stadijoje pakartotinas džiovinimas vyksta, taikant vibra - pseudoapdegintą sluoksnį. Disperguojamų vandenyje granulių produktas išdžiovinamas purškimo bokšte iki 6-10 masės % drėgmės. Kartais pačiame purškimo bokšte galima sumažinti drėgmę iki 2% ir mažiau. Iš bokšto granulės surenkamos ir praleidžiamos po džiovintuvus su verdančiu sluoksniu, kuriuose disperguojamų vandenyje granulių drėgmė sumažėja apytiksliai iki 8 masės %, geriau, apytiksliai 4%, o dar geriau apytiksliai 1-2 masės %.

15 Norint gauti aukščiau nurodytų dydžių vandenyje disperguojamas granules, būtina, kad išeinantys iš tūtos lašeliai būtų kuo didesni ir vienodi. Tūta turi būti parenkama taip, kad iš jos siauru pasiskirstymo intervalu išeitų stambios dalelės. Galima numatyti, kad didesnius lašelius galima gauti, padidinus angą, esant tam pačiam slėgiui. Bendrai, dalelės padidėja, esant žemesniam slėgiui ir didesniam žaliavos klampumui. Gaunant stambius vienodus lašelius, paprastai būtinas $1379-2758 \times 10^3 \text{ N/m}^2$ slėgis; galima naudoti $1379-2069 \times 10^3 \text{ N/m}^2$ slėgį, be to
25 rasta, kad, esant tirpalų klampumui $800-1200 \times 10^{-3} \text{ N S/m}^2$, kuris yra įprastas čia aprašomai žaliavai, optimalus yra apytiksliai $1379 \times 10^3 \text{ N/m}^2$ slėgis.

30 Vandeninės suspensijos dalelių purškimui bokšte galima naudoti daugelį tūtų. Vienok, šios srities specialistams aišku, kad naudojamų tūtų kiekis apsiriboja džiovinimo, kuris vykdomas bokšte, našumu.

35 Rasta, kad tinkamos išradimo purškimo tūtos yra kūginės tuščiaavidurės tūtos vienam skysčio srautui. Taipogi galima naudoti ištisinę kūginę tūtą vienam skysčio srautui ir ši tūta yra panaši į sukūrinės tūtos kameros

konstrukcija, išskyrus tai, kad kūgio formos centrą užpildo specialus kūginis arba ašinis purkštukas. Tuo būdu, apimamas visas tūris arba padidėja veikimo zona, o dėl to padidėja masės ir šilumos pernešimo greitis tarp purškiamo skysčio ir dujų, praeinančių per kūgį. Purškimo kampas yra 30-120°C.

Anksčiau nurodytų ir kitų purškimo konstrukcijų tipai yra žinomi ir prieinami pramoniniu būdu, kaip ir vėdinamos purškimo tūtos ir diskiniai purkštuvai. Tačiau šiam išradimui geriausiai tinka tuščiavidurės kūginės tūtos vienam, anksčiau aprašytam, tokios terpės (skysčio) srautui.

Palyginus su dviejų skysčio srautų purkštuvais, kurie pradeda veikti pneumatiškai, mažoms išpurkštoms dalelėms, esant žemam slėgiui gauti, vieno srauto skysčio purkštuvai yra geresni. Tūtos vienam skysčio srautui ypač naudingos purškiant didelio klampumo medžiagas ir gaunant didesnius lašelius, kuriuos išdžiovinus, gaunami stambūs agregatai. Didesnio lašelių tūrio ir tankumo, susidarančio, naudojant tūtas vienam skysčio srautui, pasekmė yra didesnis judėjimo kiekio momentas joms pernešti į disperguojanti oro srautą, dėl ko padidėja džiovinimo purškimo bokšte efektyvumas. Susidarę lašeliai yra homogeniški ir todėl gaunamas nedidelis agregatų pasiskirstymas pagal dydį, ypač tada, kai tuščiavidurės kūginės tūtos yra naudojamos, esant spinduliniais greičiams, purškimui nukreipti nuo tūtos. Dalelių homogeniškumas pagal dydį lemia geriausias produkto eksploatacines savybes, nes pašalinamos dulkės iš mažų dalelių ir kartu gaunamos pakankamai mažos dalelės dispergavimui vandenyje. Dalelių homogeniškumas pagal dydį taip pat svarbus džiovinimo procese, tolygiai džiovinant atskiras daleles, kurios, supiltos į vandenį, greitai grįžta į savo pradinį būvį.

Geriausi kokybės ir kainos rezultatai pasiekiami, naudojant čiurkšlinį mišrios srovės purškimą (kur produktas į purškimo bokštą paduodamas priešinga kryptimi džiovinančio oro srauto padavimo kryptimi). Tuo atveju

5 naudojama purškimo tūta, kuria produktas purškiamas apytiksliai 46° – 60° kampu, esant 1379 – 1896 N/m^2 slėgiui. Pro tokią tūtą vandeninė suspensija purškiama ir išmetama pakankamai toli į purškimo kamerą ir tuo būdu geriausiai panaudojami džiovinimo galingumai.

10 Didesni, negu apytiksliai 60° kampai išmėto srovę į šalis ir nepaduoda pakankamai gerai į bokštą, todėl negalima gauti maksimalaus laiko ir džiovinimo efektyvumo rezonanso bokšte. Tuo atveju produktas "sudrėksta" arba

15 prilimpa prie bokšto sienelių.

Purškimo džiovykla yra didelė, bendru atveju, vertikali kamera, pro kurią pučiamos karštos dujos, ir į kurią per tinkamą purkštuvą purškiama vandeninė suspensija

20 lašeliams gauti. Visi lašeliai turi būti džiovinami tol, kol jie nebelimpa ir tik po to jie gali liesti kameros sieneles, iš to seka, kad pats didžiausias lašas, gaunamas viena ar kita tūta, apsprendžia purškimo kameros dydį, o kameros forma nustatoma pagal purškimo

25 formą. Purškimo džiovintuvai gali veikti lygiagretaus srauto, priešingo srauto arba mišraus srauto principu. Pagal priešingo srauto principą pačios saugiausios dalelės veikiamos aukščiausių temperatūrų, todėl jis netinka daugeliui, čia aprašytų, temperatūrai jautrių

30 sistemų. Jautrioms šilumai medžiagoms sėkmingai naudojami laminariniai lygiagretaus srauto džiovintuvai, nes išeinančių dujų temperatūra gali būti iki 305 – 310°C , tuo tarpu, išeinančių iš kameros dujų ir produkto temperatūra 50 – 90°C , be to išeinančios medžiagos temperatūra niekada neviršija išeinančių dujų temperatūros. Po

35 purškimo džiovyklos produktas dažnai džiovinamas antra

stadija ir/arba atšaldomas džiovykloje su verdančiu sluoksniu.

- 5 Išėjimo temperatūra iš viršutinio purškimo bokšto dalelės turi būti apytiksliai 200-275°C. Išėjimo temperatūra iš bokšto turi būti apytiksliai 93-150°C. Temperatūros, viršijančios nurodytas, gali iššaukti dalelių lydimąsi aglomeratuose, kas yra kenksminga spontaniškumui ir disperguojamų vandenyje granulių perdispergavimui.
- 10 Išėinančių iš bokšto vandenyje disperguojamų granulių temperatūra turi būti žemesnė negu ta temperatūra, kurioje lydosi plėvelė, pavyzdžiui, alachloro atveju, apytiksliai 55-75°C.
- 15 Išėinančiame iš bokšto produkte yra 7-9% drėgmės, todėl reikia pakartotino džiovinimo drėgmei produkte sumažinti iki 2-4%.
- 20 Norint gauti daugiausia sferines vandenyje disperguojamas granules (agregatas, kurio skersmuo apytiksliai 180-430 mikronų), geriausia purškiamam džiovinimui naudoti bokštą ir cilindrinės džiovinimo kameras, kurių vidinis skersmuo yra apytiksliai 3,66-12,19 m, o surinkimo zonos temperatūra 60°C.
- 25 Optimalus purškimo tūtos veikimo slėgis yra apytiksliai $1035-2069 \times 10^3 \text{ N/m}^2$, geriau apytiksliai $1379-2069 \times 10^3 \text{ N/m}^2$, o dar geriau apytiksliai $1724-1896 \times 10^3 \text{ N/m}^2$.
- 30 Išradimą paaiškina sekantys pavyzdžiai. Šie pavyzdžiai iliustruoja išradimą, bet jo neriboja.
- 1 pavyzdys
- 35 Šiame pavyzdyje pateikiamas alachloro mikrokapsulių vandeninės suspensijos su pagalbiniais priedais gavimas.

55,91 kg techninio alachloro, laikomo 48°C, kuriame yra 3,9 kg polimetilenpolifenilizocianato (PAPI) proporcingai sudedama į 36,30 kg vandens 48°C temperatūroje, kuriame yra 1,19 kg emulgatoriaus Daksad (40%). Emulsija gaunama, praleidžiant visą mišinį pro didelio poslinkio dispergatorių Tekmar. Į šią emulsiją proporcingai sudedama 3,90 kg HMD. Kapsulėje esantis produktas paleidžiamas per antrą magistralinį maišytuvą į talpą, kurioje taip pat yra maišytuvas. Gerai maišant pridedama 1,68 kg propilenglikolio. Pridedama 5,60 kg natrio chlorido, o po to 5,60 kg kalcio chlorido ir mišinys maišomas. Aukščiau gauta vandeninė suspensija čia pažymima "žaliava Nr. 1", o po to naudojama 2 pavyzdyje, kaip žaliava, kuri paduodama į purškimo džiovyklą vandeniui pašalinti ir disperguojamoms vandenyje (sausoms-birioms) alachloro mikrokapsulių granulėms gauti.

Žaliavos Nr. 1 sąstatas:

20

<u>Komponentas</u>	<u>Masės procentai</u>	<u>Kilogramai</u>
Techninis alachloras (94,5%)	49,00	55,91
PAPI	3,42	3,90
HMD (51%)	3,43	3,90
Daksadas (40%)	1,04	1,19
Propilenglikolis	1,47	1,68
Na Cl	4,90	5,60
Ca Cl ₂	4,90	5,60
Vanduo	31,85	36,30
Viso:	100,0	114,08

Aukščiau nurodytoje žaliavoje buvo viso 65,5% kietų medžiagų, o jos klampumas $1300 \times 10^{-3} \text{ N s/m}^3$.

2 pavyzdys

1 pavyzdyje gauta žaliava džiovinama purškimo džiovykloje pagal žemiau aprašytą procedūrą.

5

Šiame pavyzdyje naudojamo bokšto aukštis 9,14 m, bokšto skersmuo 6,1 m. Džiovinimui purškimu taikomas mišrus srautas, vieną kartą žaliavai praeinant pro bokštą. Orapūtės greitis šiame bokšte buvo pastovus, todėl praeinančio pro bokštą oro srautas nebuvo reguliuojamas. Oro temperatūra įėjime buvo apytiksliai 245°C. Vienam Spray systems skysčiui paduoti naudojama tuščiaavidurė kūginė tūta. Džiovinimo tūris bokšte sudarė 321,15 m³. Tūtos slėgis 1896,1 x 10³ N/m².

15

Vandenyje disperguojamų granulių, gautų 1 ir 2 pavyzdžiuose, dalelių pasiskirstymas pagal dydį pateikiamas 3 lentelėje kartu su kitomis produkto charakteristikomis. Apytiksliai 7% viso išdžiovinto produkto buvo mažiau už 100 mešų dydžio. Išėinančiose iš bokšto vandenyje disperguojamose granulėse buvo apytiksliai 5% drėgmės, todėl reikėjo pakartotino džiovinimo, naudojant verdančio sluoksnio džiovyklą/aušintuvą. Galutinis drėgmės kiekis vandenyje disperguojamose granulėse sudarė 4 masės %. Vandenyje disperguojamos granulės yra gero spontaniškumo ir gerai disperguojasi vandenyje, 10°C temperatūroje.

20

25

3-6 pavyzdžiai

30

Kiti alachloro herbicido mikrokapsulių, kaip disperguojamų vandenyje granulių, preparatai gaunami pagal 1 ir 2 pavyzdžiuose aprašytą procedūrą. Vandeninės alachloro kapsulių suspensijos 3-6 pavyzdžiuose žymimos, kaip žaliava Nr. 2-5, atitinkamai, ir jos viena nuo kitos skiriasi naudojamais konkrečiais pagalbiniais priedais.

35

Žaliavos sąstatas, gautas šiuose pavyzdžiuose, pateikiamas 1 lentelėje, o džiovinimo purškimo sąlygos pateikiamos 2 lentelėje. Vandenyje disperguojamų granulių, gautų pagal 3-6 pavyzdžio metodiką, charakteristikos pateikiamos 3 lentelėje.

5

1 lentelė

Žaliavos preparatai padavimui (sv. procentai)

<u>Žaliavos Nr.</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
<u>Komponentai</u>				
Alachloras (94%)	50,26	52,5	54,32	45,11
Triallatas (97,3%)				
Acetochloras (93,3%)				
Antidotas AD - 67 (94%)				
PAPI	3,55	3,7	3,79	3,14
HMD (41,3-43,5%)	3,55	3,6	3,76	3,21
Daksadas (40%)				
Reaksas 88B	1,04	1,13	1,15	0,9
Propilenglikolis		1,44		
PVP K - 15				
NaCl	4,28	3,39	2,55	
CaCl ₂	4,28	3,39	3,11	
(NH ₄) ₂ SO ₄				
Vitkonatas				

1 lentelė (tęsinys)

<u>Žaliavos Nr.</u>	<u>/2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
<u>Komponentai</u>				
Petro				
Diuponolas C				
Chisilas 233				
Molis				
Vanduo	33,24	30,84	32,32	31,55
Viso:				
	100,00	100,00	100,00	100,00
Bendras kietos medžiagos kiekis	63,49	63,01	63,12	66,61
Klumpumas ($\times 10^{-3}$ N s/m ²)	900	925	950	1200
				32

2 lentelė

Darbiniai džiovinimo purškimo parametrai

Bokšto dydis - skersmuo - 6,71 m; aukštis pagal vertikalę - 9,14 m; džiovinimo tūris - 321,15 m³
 Daugybė tūtų, skystis vienas

Žaliavos Nr.	2	3	4	5	6	7	8	9
<u>Salygos bokšte</u>								
Iėjimo temperatūra, °C	232	235	190	230	225	225	225	225
Išėjimo temperatūra, °C	125	135	91	125	120	122	120	120
Purškimo džiovinimo būdas	C-C	C-C	C-C	M-F	M-F	M-F	M-F	M-F
Verdantis sluoksnis								
Iėjimo temperatūra, °C	70	75	80	70	70	70	75	75
Išėjimo temperatūra, °C	65	65	70	65	65	65	68	68
Produkto temperatūra, °C	60	65	60	60	55	60	55	58
<u>Greitis</u>								
Kg/prod./val.	371	541	508	574	575	575	680	680
Tūtos slėgis (x 10 ³ N/m ²)	1551,3	1654,8	1585,8	1896,1	1896,1	1896,1	1723,7	1723,7

x M-F = mišrus srautas; C-C - tiesi srovė

3 lentelė

Disperguojamų vandenyje granulių produkto charakteristikos

Žaliavos	Drėgmė		Vilgumas	Spont	Drėgn. sietas	Granulių pasiskirstymas pagal dydį (% sietė)									
	bokštas	verd.				sluoksnis	% liekana 200 mešų sietė	mešai	+40	+60	+80	+100	100	kg/m ³	
Nr.															
1		5,0	2,0	Ex	Ex	Tr	20	84	97	99	1			54,5	
2		4,97	2,0	Ex	Ex	Tr	31	88	97,6	98,9	1,1			54,5	
3		3,9	1,40	Ex	Ex	Tr	39	92	97,9	99,9	0,1			56,1	
4		2,0	0,51	Ex	Ex	1,0	13	87	97,7	99,74	0,26			54,5	
5		5,0	3,04	Vg	Vg	0,1	27	89	99	99,8	0,2			56,1	
6		4,0	1,0	Ex	Ex	0	30	80	95	99	1			44,9	
7		1,0	0,8	Ex	Ex	Tr	62	77	93	98	1			43,3	
8		2,0	1,0	Ex	Ex	1,0	21	84	97	99	1			51,3	
9		2,0	0,8	G	G	2,0	24	85	97	99	1			51,3	

G = geras
Vg = labai geras
Ex = puikus
Spont = spontaniškumas
Tr = (0,17%) pėdsakai
Sitt = sankaupa

40 mešų = 420 μm (mikronais)
60 mešų = 250
80 mešų = 180
100 mešų = 150
2100 mešų = <150

7 pavyzdys

Šiame pavyzdyje aprašomas vandeninės trialato mikrokapsulių ir pagalbinių priedų jam suspensijos gavimas.

5

53,91 kg techninio trialato, laikomo 48°C temperatūroje turinčio 3,74 kg PAPI, proporcingai sudedama į 35 kg 48°C temperatūros vandens, kuriame yra 1,37 kg emulgatoriaus DAKSAD (40%). Emulsija susidaro, praleidžiant visą mišinį pro magistralinį maišytuvą, o po to per didelio poslinkio dispergatorių Tekmar. Į šią emulsiją proporcingai pridedama 3,26 kg HMD (41%). Produktas kapsulėje praleidžiamas pro antrą magistralinį maišytuvą į talpą su atitinkamu maišytuvu. Energingai maišant pridedama 1,26 kg propilenglikolio, o po to 1,58 kg natrio chlorido ir 3,15 kg kalcio chlorido.

15

Į šį mišinį pridedama suspensija, susidedanti iš 13,6 kg vandens, 2,5 kg Petro AG - S, 2,5 kg Diuponolo -C, 1,25 kg Chisilo 233, ir 1,25 kg molio Barden. Mišinys maišomas tol, kol tampa homogeniškas.

20

Gautas pagal šį pavyzdį preparatas žymimas, kaip žaliava Nr. 6 ir jo sudėtis sekanti:

25

<u>Komponentas</u>	<u>Procentas</u>	<u>Kilogramai</u>
Techninis trialatas (97,3%)	43,23	53,67
PAPI	3,02	3,74
HMD (41%)	2,62	3,26
Daksadas 16 (40%)	1,04	1,37
Propilenglikolis	1,01	1,26
Natrio chloridas	1,27	1,58
Kalcio chloridas	2,54	3,15

<u>Komponentas</u>	<u>Procentas</u>	<u>Kilogramai</u>
Petro AGS	2,0	2,50
Diuponolas C	2,0	2,50
Chisilas 233	1,0	1,25
Molis Barden	1,0	1,25
Vanduo	39,23	48,63
Viso:	100,00	124,15

Žaliava Nr. 6, kurioje kietos medžiagos sudaro 58,69 sv.%, o klampumas $1100 \times 10^{-3} \text{ N s/m}^2$, džiovinama purškimu 2 lentelėje pareiktomis sąlygomis, gaunant disperguojamas vandenyje trialato mikrokapsulių su pagalbinais priedais granules; produkto charakteristikos pateikiamos 3 lentelėje.

8 pavyzdys

10

Paruošiama dar viena žaliava trialato pagrindu (žaliava Nr. 7), bet su kitais pagalbinais priedais, negu tie, kurie naudojami, gaunant žaliavą Nr. 6. Būtent, šio pavyzdžio žaliavoje Daksadas (polimerizuotos alkilnaptalensulfurūgšties natrio druska) pakeičiamas medžiaga REAKS 88B (natrio lignosulfatas) kaip emulgatoriumi, o propilenglikolis, medžiaga, neleidžianti susigulėti, pakeičiama PVP - K - 15 (polivinilpirolidonas).

20

53,91 kg techninio trialato (97,3%), laikomo 48°C, kuriame yra 3,74 kg PAPI, proporcingai supilama į 38 kg vandens (48°C temperatūros), kuriame yra 1,06 kg emulgatoriaus REAKS 88B. Emulsija susidaro, praleidžiant visą mišinį pro magistralinį maišytuvą, o po to pro didelio poslinkio dispergatorių Tekmar. Į šią emulsiją proporcingai pridedama 3,26 kg HMD (41%). Produktas kapsulėje praleidžiamas pro antrą magistralinį maišytuvą į talpą su atitinkamu maišytuvu. Energingai mai-

25

šant pridedama 1,58 kg natrio chlorido, o po to 3,15 kg kalcio chlorido.

5 Į šį mišinį pridedama suspensija, susidedanti iš 11,35 kg vandens, 0,64 kg PVP-K-15, 2,60 kg Petro AGS, 260 kg Diuponolo C, 1,25 kg Chisilo 233 ir 1,25 kg molio Barden. Mišinys maišomas tol, kol tampa homogeniškas.

10 Žaliavos preparato Nr. 7 sudėtis yra sekanti:

<u>Komponentas</u>	<u>Procentas</u>	<u>Kilogramai</u>
Techninis triaļatas (97,3%)	43,23	53,67
PAPI	3,02	3,74
HMD (41%)	2,62	3,26
REAKS 88B	0,84	1,06
PVP-K-15	0,49	0,64
Natrio chloridas	1,27	1,58
Kalcio chloridas	2,54	3,15
Petro AGS	2,10	2,60
Diuponolas C	2,10	2,60
Chisilas 233	1,00	1,25
Molis Barden	1,00	1,25
Vanduo	39,79	49,34
Viso:	100,00	124,15

15 Žaliavoje Nr. 7 kietos medžiagos sudaro 58,89 masės, o klampumas $1000 \times 10^{-3} \text{ N s/m}^2$. Po to ši žaliava džiovinama purškimu 2 lentelėje aprašytomis sąlygomis, gaudant disperguojamas vandenyje granules, kurių, kaip produkto, charakteristikos pateiktos 3 lentelėje.

9 pavyzdys

5 Šiame pavyzdyje aprašomas vandeninės acetochloro mikro-kapsulių suspensijos, kaip žaliavos, gavimas, kuri džiovinama, gaunant sausas birias disperguojamas vandenyje granules.

10 55,23 kg techninio acetochloro (93,3%), turinčio 3,85 kg PAPI, proporcingai sudedama į 37,43 kg vandens (48°C temperatūros), kuriame yra 1,09 kg emulgatoriaus REAKS 88B. Emulsija susidaro, praleidžiant mišinį pro magistralinį maišytuvą, o po to pro didelio poslinkio dispergatorių Tekmar. Į šią emulsiją pridedama 3,35 kg HMD (41%). Produktas kapsulėse praleidžiamas pro dar 15 vieną magistralinį maišytuvą į talpą su atitinkamu maišytuvu. Gerai maišant pridedama 10,38 kg amonio sulfato, o po to 4,56 kg Vitkonato (90), 2,50 kg Chisilo 233 ir 1,30 kg molio Barden. Mišinys maišomas tol, kol tampa homogeniškas.

20

Anksčiau aprašytos kompozicijos, pažymėtos, kaip žaliava Nr. 8, sudėtis:

<u>Komponentas</u>	<u>Procentas</u>	<u>Kilogramai</u>
Acetochloras (93,3%)	46,13	55,23
PAPI	3,20	3,85
HMD (41%)	2,80	3,34
REAKS 88B	0,87	1,09
Amonio sulfatas	8,67	10,38
Vitkonatas (90)	3,81	4,56
Chisilas	2,10	2,50
Molis Barden	1,10	1,30
Vanduo	31,32	37,44
Viso:	100,00	119,6

Žaliavoje Nr. 8 kietos dalelės sudaro 67,29 masės %, o jos klampumas $500 \times 10^{-3} \text{ N s/m}^2$. Ši žaliava džiovinama purškimu 2 lentelėje aprašytomis sąlygomis, gaunant disperguojamas vandenyje granules, kurių charakteristikos pateiktos 3 lentelėje.

10 pavyzdys

Šiame pavyzdyje aprašomos žaliavos Nr. 9, kurioje yra herbicidas acetochloras ir antidotas jam gavimas, pavyzdžiui, kukurūzų pasėliams; antidotas - tai N- α , α -dichloracetil-I-oksa-4-azaspiro (4,5) dekanas (įprastas pavadinimas "AD-67").

Į 5,46 kg AD-67, ištirpinto 55,23 kg acetochloro, pridedama 3,85 kg PAPI 48°C temperatūroje. Tirpalas, supilamas į 14,07 kg vandens 48°C temperatūroje, kuriame yra 1,09 kg emulgatoriaus REAKS 88B. Emulsija susidaro, praleidžiant mišinį pro magistralinį maišytuvą, o po to pro didelio poslinkio dispergatorių Tekmar. Į šią emulsiją pridedama 3,34 kg HMD (41%). Uždarytas kapsulėje acetochloro AD-67 produktas praleidžiamas pro antrą magistralinį maišytuvą į maišymo talpą su atitinkamu maišytuvu. Gerai maišant pridedama 10,32 kg amonio sulfato, o po to suspensija, susidedanti iš 14,07 kg vandens, 4,53 kg Vitkonato (90), 2,42 kg Chisilo 233 ir 1,21 kg molio Barden. Mišinys maišomas tol, kol tampa homogeniškas.

Žaliavos Nr. 9 sudėtis:

<u>Komponentas</u>	<u>Procentas</u>	<u>Kilogramai</u>
Acetochloras (93,3%)	40,00	55,23
AD - 67	3,96	5,46
PAPI	2,75	3,85

<u>Komponentas</u>	<u>Procentas</u>	<u>Kilogramai</u>
HMD (41%)	2,41	3,34
REAKS 88B	0,75	1,09
Amonio sulfatas	7,48	10,32
Vitkonatas (90)	3,28	4,53
Chisilas 233	1,76	2,42
Molis Barden	0,88	1,21
Vanduo	36,73	50,55
Viso:	100,00	138,00

Kietos medžiagos aukščiau aprašytame mišinyje sudaro 62,11 masės %. Klampumas $550 \times 10^{-3} \text{ N s/m}^2$.

- 5 Analogiškai šiam pavyzdžio procesui, galima uždaryti į kapsules kitas kompozicijas herbicidas/antidotas ir paversti jas disperguojamomis vandenyje granulėmis. Viena iš ypatingai tinkamų kompozicijų yra žaliava, įskaitant herbicidą alachlorą, uždaryta kartu su antidotu flurazolu arba, alternatyviai, AD-67, į kapsulę polimerinėje plėvelėje, pavyzdžiui, polikarbamidinėje plėvelėje. Džiovinant nurodytą žaliavą purškimu, gaunamos sausos birios disperguojamos vandenyje granulės. Analogiškai aukščiau aprašytam būdui, galima kombinuoti kitus antidotus su acetochloru, alachloru ir kitais herbicidais.

II pavyzdys

- 20 Vandeninės 9 ir 10 pavyzdžių (atitinkamai, Nr. 8 ir 9 žaliava) suspensijos po to atskirai džiovinamos purškimu pagal 2 pavyzdyje aprašytą procedūrą, bet atitinkamai pagal 2 lentelėje pateiktas darbinės sąlygas.

- 25 Disperguojamų vandenyje granulių produkto, gauto džiovinant purškimu 8 ir 9 žaliavą, charakteristikos paro-

dytos (kartu su duomenimis Nr. 1-7 žaliavomis) 3 lentelėje.

3 lentelėje parodyta, kad išeinančiose iš bokšto disperguojamose vandenyje granulėse drėgmė sudaro ne daugiau, kaip 5%, o iš džiovyklos su verdančiu sluoksniu - ne daugiau, kaip apytiksliai 3 masės %. Gaunant disperguojamas vandenyje granules iš 1-9 žaliavos, dalelių, pasiliekančių ant 100 mešų sieto, dydis buvo daugiausiai 2 mikronai ir mažiau.

Aukščiau minėta, kad čia aprašytoms mikrokapsulių gamimo/granuliavimo sistemoms numatomas pagalbinių priedų panaudojimas, kurie padeda gauti galutinį produktą - disperguojamas vandenyje granules. Tokie priedai konkrečiau paaiškinami žemiau.

Bendru atveju emulgatoriai, kurie tinka, gaunant šio išradimo preparatus, apima lignosulfonatus, alkilnaftalinnatrio sulfonatu, pavyzdžiui, Petro AGS, gaminamus firmos Petro Chemical Co., Inc., laurilsulfonata, natrio laurilsulfonata, gaminamą firmos E. I. Diupon, alfa-olefino-sulfonatas (tokius, kaip Vitkonatas AOK (90% dribsniai) ir Vitkonatas AOC (39% tirpalas), gaminamus Vitko Co., tauratus, polietileno blok-kopolimerus (polipropileno) ir kitas kieto ar pusiau kieto būvio paviršiaus aktyvias medžiagas.

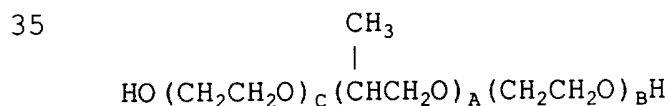
Yra žinoma daug pramoniniu būdu prieinamų lignosulfonatu druskų, kurias galima panaudoti, ir daugelis jų aprašytos McCutcheon's Detergents and Emulsifiers, JAV, 1978, McCutcheon's Division, McCutcheon's Publishing Company, Glan Rock, New-Jersey. Tokie pramoniniu būdu gaminami lignosulfonatai yra Treaks^(R), LTS, LTK ir LTM, atitinkamai, kalio, magnio ir natrio lignosulfonato druskos, gaminamos Scott Paper Company, Forest Chemical Products; Maraspers CR^(R) ir Maraspers^(R) CBOS-3, natrio

lignosulfonatas, American Can Company, cheminių produktų padalinys, Greenwich, Connecticut 06830; Polifonas^(R), O, H,, T ir F Reaks^(R) 85B ir 88B; visi jie yra natrio lignosulfonatai, gaminami firmos Vestvaco -
 5 Polychemicals, Tcharlston Hights, Sonth Caroline 29405.

Kitomis anijoninėmis tinkamomis paviršiaus - aktyviomis medžiagomis yra kai kurios tauratinės paviršiaus aktyvios medžiagos, kaip natrio N - cikloheksil - N - palmitoil - tauratas, natrio N - metil - N - oleiltauratas, paduodamas su prekės ženklu Igepon CH-42, Igepon T-33, T-43, T-51, T-73, T-77 IR T-74 firmos GAF Corporation, Chemical Products, New-York, NI, 10020. Natrio N-metil - N - oleiltauratas taip pat žinomas,
 10 kaip prekė pavadinimu "Adinol", pristatoma firmos Croda Chemicals. Ltd., Great Britain. Geriausiai čia tinka natrio N - metil - N - oleiltauratas.
 15

Anijoninė paviršiaus aktyvi medžiaga, esanti vandeni-
 20 nėje mikrokapsulių suspensijoje šio išradimo preparatams gauti iki džiovinimo purškimu, sudaro apytiksliai 0,5-5,0 masės % kompozicijos, geriau 1,0-3,5 masės %, o geriausiai - apytiksliai 2,5 masės %. Šio išradimo preparatuose anijoninė paviršiaus aktyvi medžiaga gali
 25 būti naudojama kartu su nejoniniu blok - kopolimeru.

Nejoninės blok - kopolimerinės paviršiaus aktyvios medžiagos, ypač tinkamos, gaunant šio išradimo preparatus, yra polioksipropileno (polioksietileno) blok - kopolimerai, kurie yra etileno oksido kondensatai su hidrofobiniais šarmais, susidareę, kondensuojant propileno oksidą su propilenglikoliu. Tokių paviršiaus-aktyvių medžiagų formulė:



A - sveikas skaičius, apytiksliai 10-70, B, C, - sveiki skaičiai, kurių suma yra apytiksliai 10-350. Tokių paviršiaus-aktyvių medžiagų pavyzdžiai yra Pluronikas^(R) P103, P104, P105 ir Pluronikos^(R) 108, kuriuos gamina
5 firma BASF Viandott Corporation, pramoninių chemikalų skyrius, Viandott, Mičiganas.

Nejoniniai blok-kopolimerai, naudojami, gaunant šio išradimo preparatus, sudaro apytiksliai 0,75-5 masės %
10 kompozicijos, geriau apytiksliai 1,25-4,0 %, geriausiai apytiksliai 1,75 masės % viso preparato.

Terminas "hidratuotas amorfinis silicio dioksidas" naudojamas smulkiai sumaltam silicio dioksidui apibūdinti, tokiam, kaip gamtoje sutinkamas kizelguras arba sintetinis silicio dioksidas. Sintetinis silicio dioksidas yra gaunamas cheminės reakcijos metu. Šiame išradime geriau tinka sintetinis silicio dioksidas, pavyzdžiui, paruodamas su "Chi-sil 233" prekės ženklu (gaminamas
15 firmos PPG Industries, Inc., Pittsburg, Pennsylvania, 15222) ir "Ceofinas 80" (gaminamas firmos J. M. Guber Corporation, Edison, New-Jersey, 08817).

Silicio dioksidas bevandenio arba hidratuoto silikagelio arba kito amorfinio silicio dioksido formos sudaro apytiksliai 1-4 masės % visos vandeninės suspensijos, kurioje yra disperguotos pesticido mikrokapsulės, geriau apytiksliai 1,5-3,0 masės %, geriausiu atveju - apytiksliai 2 masės %.

30

Terminas "hidratuotas aliuminis-silicio dioksidas" priskiriamas tokioms medžiagoms, kaip badeno molis arba kaolinas, kurios yra mažo specifinio paviršiaus medžiagos su paviršiaus elektrostatišku krūviu ir, tokiu būdu, gali padidinti mikrokapsulių stabilumą skystoje fazėje. Šias medžiagas galima gauti komerciniu būdu ir tai yra aišku srities specialistams.

35

"Hidratuotas aliuminio-silicio dioksido" komponentas čia aprašytame kompozicijos preparate sudaro apytiksliai 0,25-3 masės %, geriau apytiksliai 0,25-1,5 masės %, o geriausiai - 0,5 masės % visos kompozicijos.

5

Terminas "flokuliantas" priklauso tinkamai druskai, turinčiai daugiavalentinį katijoną, kuri tirpsta vandens kiekyje, esančiame uždarytoje kapsulėje kompozicijoje, kurios poveikyje iš kietos kompozicijos medžiagos susidaro smulkūs, laisvai agreguoti gabaliukai arba dalelės, suspenduotos kompozicijos skystyje. Po skystos kompozicijos džiovinimo purškimu šios flokuliuojančios medžiagos atlieka surišančių/atskiriančių, veikiančių prieš susigulėjimą medžiagų funkciją, ir neleidžia su-
 10 lipti ir kitoms medžiagoms vandenyje disperguojamų šio išradimo granulių preparate. Tinkamos druskos yra kal-
 15 cio chloridas, magnio chloridas, kalcio bromidas. $Mg(C_2H_3O_2)_2$, magnio bromidas, naftaleno druskos, Vitkonatas 90, $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$, amonio sulfatas, natrio nit-
 20 ratas ir t.t. Geriausiai šiame išradime tinka kalcio chloridas, Vitkonatas 90 ir amonio sulfatas arba dviejų pastarųjų kombinacija, geriau didesniu, negu 1:1 san-
 tykiu, ypač 1:2,5 (Vitkonatas:amonio sulfatas). Floku-
 25 liantas kompozicijoje sudaro apytiksliai 0,5-5,0 masės %, geriau apytiksliai 0,5-2,5 masės %, o geriausiai atveju 1,0 masės % visos kompozicijos. Šios srities specialistai žino, kad druska taip pat pažemina vandeninio skysčio užšalimo temperatūrą, ir tokiu būdu, neleidžia medžiagai užšalti, jeigu atsiranda būtinybė iki džio-
 30 vinimo purškimu skystą mikrokapsulių suspensiją laikyti sandėlyje.

Žemesnieji alkilglikoliai, pavyzdžiui, etilen- arba propilen- glikolis yra puiki priemonė, neleidžianti
 35 mikrokapsulėms sužmegti. Šių komponentų kiekis sudaro apytiksliai 2,0-10,0 masės % visos kompozicijos, tuo būdu kompozicija yra apsaugoma nuo sužmegimo.

Šio išradimo kompozicijos preparate yra apytiksliai 2,0-5,0 masės % glikolio ir geriau apytiksliai 2,5 masės % medžiagos prieš susigulėjimą.

5 I skystą mikrokapsulių suspensiją prieš džiovinimą purškimu galima įvesti nežymius kiekius, apytiksliai 0-5,0 masės % visos kompozicijos vieno ar keleto kitų inertinių pagalbinių priedų, tokių kaip medžiagos prieš putų susidarymą, medžiagos prieš sulipimą ir sužmegimą, 10 biocidus, dažus, antikoroazines medžiagas, rūgštis arba šarmus pH sureguliuavimui ir t.t., gaunant disperguojamų vandenyje granulių kompozicijos preparatą, ypač tada, kai numatoma ilgai laikyti skystas kompozicijų suspensijas iki džiovinimo purškimu ypač blogomis sąlygomis. 15

Aukščiau nurodyta, kad disperguojamose vandenyje granulėse aktyvus komponentas gali sudaryti iki 75 masės %, o 20 visa kita sudaro pagalbiniai priedai - surišančios /atskiriančios medžiagos /disperguojančios medžiagos/medžiagos prieš sužmegimą ir t.t.

Šios srities specialistams aišku, kad, nustatant, kokios būtent iš tam tikrų suspensijos pagalbinių medžiagų arba pagalbinių priedų aglomeracijai labiausiai 25 tinka, atsižvelgiant į aktyvius komponentus ir kitus preparatų priedus, galima atlikti kai kuriuos eksperimentus. Pavyzdžiui, koks nors emulgatorius gali dinti susmegimą laikant arba mažinti savaiminį grįžimą 30 į pradinį stovį vandenyje, ir kartu toks emulgatorius gali stiprinti išdžiovintų granulių stabilumą šviesoje ir kartu su kitomis medžiagomis prieš sužmegimą dalyvauti, gaunant pakankamai geras disperguojamas vandenyje granules.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Disperguojamos vandenyje granulės, b e s i s k i -
r i a n č i o s tuo, kad jos susideda iš:
5
a) daugiausia sferinių mikrokapsulių agregato, kuriame
bent vienas, netirpus vandenyje pesticidas yra po-
limerinės plėvelės kapsulėje;
10 b) pagalbinių priedų kompozicijos preparatams, ir
c) iki 8 masės % drėgmės,
be to, nurodytos granulės daugiausia yra sferinės ir jų
15 skersmuo yra apytiksliai 150-850 mikronų.
2. Granulės pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n č i o s
tuo, kad mikrokapsulių skersmuo yra 1-100 mikronų.
20 3. Granulės pagal 2 punktą, b e s i s k i r i a n č i o s
tuo, kad jų tankis yra 32-96 kg/m³.
4. Granulės pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n č i o s
tuo, kad nurodytose granulėse yra ne daugiau kaip
25 4,0 masės % drėgmės.
5. Granulės pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n č i o s
tuo, kad pesticidas yra herbicidas.
30 6. Granulės pagal 5 punktą, b e s i s k i r i a n č i o s
tuo, kad herbicidas yra alachloras, t.y. α-chlor-2',6'-
dietyl-N-metoksimetilacetanilidas.
7. Granulės pagal 5 punktą, b e s i s k i r i a n č i o s
35 tuo, kad herbicidas yra acetochloras, t.y. 2-chlor-N-
(etoksimetil)-6'-etil-orto-acetotoliudidas.

8. Disperguojamų vandenyje granulių gavimo būdas, b e -
s i s k i r i a n t i s tuo, kad:

5 a) gauna atskirų mikrokapsulių suspensiją, susidedančią
iš bent vieno netirpaus vandenyje pesticido polime-
rinėje plėvelėje, suspenduoto vandeninėje terpėje,
ir pagalbinių priedų preparatams, ir

10 b) gauna nurodytos vandeninės suspensijos lašelius ir
nurodytus lašelius džiovina purškimu, susidarant
disperguojamoms vandenyje granulėms pagal 1 punktą.

15 9. Būdas pagal 8 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad pesticidas yra herbicidas triallatas, t.y. S-
2,3,3-trichloralil-diizopropil-tiokarbamatas.

20 10. Būdas pagal 8 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad pesticidas yra herbicidas acetochloras, t.y.
2-chlor-N-(etoksimetil)-6'-etil-orto-acetotoliudidas.