Veröffentlichungsnummer:

0 273 437

A2

(12)

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeidenummer: 87119285.2

(51) Int. Cl.4: **B01F 15/04** 

22) Anmeldetag: 29.12.87

Priorität: 30.12.86 DD 298762 30.12.86 DD 298763

- Veröffentlichungstag der Anmeldung: 06.07.88 Patentblatt 88/27
- Benannte Vertragsstaaten:
  AT CH DE FR IT LI SE

Anmelder: VEB Stuck und Naturstein Rhinstrasse 50 DD-1140 Berlin(DD)

2 Erfinder: Amborn, Gerhard Jan-Petersen-Strasse 21 DDR-1142 Berlin(DD)
Erfinder: Jekosch, Ralf Maximilian Strasse 18 DDR-1100 Berlin(DD)
Erfinder: Kiefer, Sebastian Erich-Glückauf-Strasse 6 DDR-1143 Berlin(DD)
Erfinder: Seisz, Norbert ...
Hubertusstrasse 1 DDR-1130 Berlin(DD)

Erfinder: Rindfleisch, Jochen, Dr.-ing. Salvador-Allende-Strasse

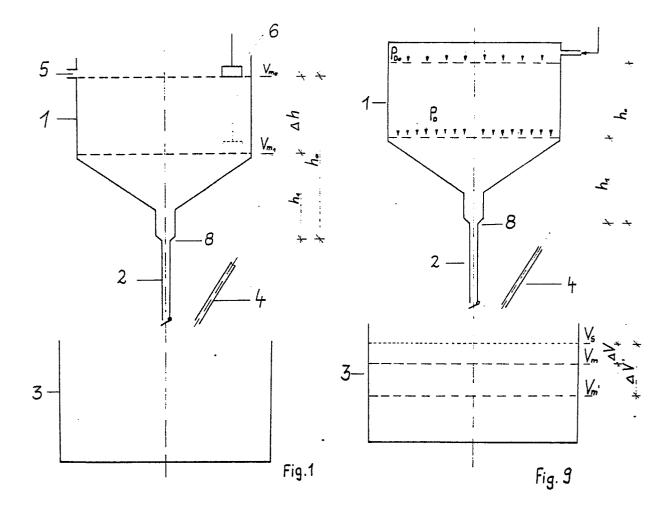
DDR-1170 Berlin(DD)
Erfinder: Meister, Ronald
Brunnenstrasse 171
DDR-1054 Berlin(DD)

Vertreter: Spott, Gottfried, Dr. et al Patentanwälte Spott und Puschmann Sendlinger-Tor-Platz 11 D-8000 München 2(DE)

Verfahren zur Herstellung fliessfähiger Suspensionen gleichbleibender Konsistenz.

(57) Verfahren zur Herstellung fließfähiger Suspensionen mit definierter Konsistenz durch Zusetzen reiner ◀ Flüssigphase zu fließfähigen Rohsuspensionen unbekannter Konsistenz mit geringem apparativen und regeltechnischen Aufwand, unter Nutzuna technologisch vorhandener Größen als Maßgrößen mzur Regelung und ohne gesonderte Bestimmung der Rohsuspension. Gemäß dem Verfahren fließt eine definierte Menge Rohsuspension aus einem Behälter (1) durch ein vertikal angeordnetes Auslaufrohr (2) a zeitlich so überlagert mit einem konstanten Flüssigphasenstrom in einen Auffangbehälter, daß das gewünschte Gemisch entsteht. Alternativ fließt die Rohsuspension unbekannter Konsistenz in einer

bestimmten Auslaufzeit a $\bar{u}s$  dem Behälter (1) durch das vertikal angeordnete Auslaufrohr (2) in den Auffangbehälter (3), wobei die Flüssigphase in Abhängigkeit eines, der Auslaufzeit zugeordnete Standardvolumens  $V_s$ , entstehenden Differenzvolumens  $\Delta V$  im Auffangbehälter (3) zugeführt wird.



## Verfahren zur Herstellung fließfähiger Suspensionen glelchbleibender Konsistenz

20

35

40

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung fließfähiger Suspensionen mit definierter Konsistenz durch Zusetzen reiner Flüssigphase zu einer fließfähigen Rohsuspension unbekannter Konsistenz.

Bedingt durch die hohe Variabilität der Ausgangskomponenten im Verhältnis Flüssigphase zu Feststoffanteil macht sich entsprechend den praktischen Herstellungsbedingungen eine Bestimmung dieses Verhältnisses während des Herstellungsprozesses erforderlich.

Wesentliche Grundlage dieser Bestimmung ist die dabei herrschende Konsistenz-Viskositätsbeziehung der Rohsuspension zu gewünschten Fertigsuspensionen. Dabei werden im wesentlichen immer die gleichen Prozeßstufen durchlaufen:

- 1. Homogenisierung der Rohsuspension mit einem Feststoffanteil über dem Sollwert der Fertigsuspension
- 2. Bestimmen des Istwertes des Feststoffanteiles
- 3. Nachdosieren des für den Sollwert erforderlichen Flüssigphasenanteiles

Das Bestimmen des Istwertes des Feststoffanteiles des außerhalb Mischbehälters. viskosimetrisch oder gravimetrisch bzw. volumetrisch nach Abscheiden der Flüssigphase anhand von Proben stellt die Ursache für die zeitliche Unterbrechung des Herstellungsprozesses dar und drückt damit den wesentlichen Nachteil aller vom Prozeß getrennten bekannten Bestimmungsverfahren aus. Es ist bereits ein Verfahren bekannt (US-PS 4436429), mit dem eine Flüssigphasenregulierung als Folgesteuerung die momentane Differenz zwischen dem im hydraulisch betriebenen Rührwerksmotor des Mischbehälters anliegendem und einem entsprechend der Sollkonsistenz vorgegebenen Druck so erfolgt, daß kontinuierlich das gewünschte Gemenge entsteht.

Die Nutzung des am Rührwerk angreifenden Lastmomentes als Maß zur Bestimmung der gegebenen Konsistenz kann auch, wie im Verfahren gemäß US-PS 3195866 beschrieben, über die Stromaufnahme des Mischermotors erfolgen. Die Beziehung zwischen Konsistenz und Lastmoment ergibt sich aus der Drehzahl und Geometrie des Rührwerkes, sowie der Viskosität der Suspension. Die Einstellung der Sollkonsistenz erfolgt durch kontinuierliches bzw. schrittweises Zugeben von Flüssigphase bis zum Erreichen einer der Sollkonsistenz entsprechenden Druckdifferenz oder eines entsprechenden Wertes des Motorstromes. Der Nachteil dieser Verfahren besteht außer in dem relativ hohen rechen-und steuerungstechnischen

Aufwand auch noch darin, daß für die Einstellung der Sollkonsistenz in allen Verfahren eine zunächst annähernde und gegen Ende des Prozesses vollständige Homogenisierung der Rohsuspension und auch der fertigen Suspension erforderlich ist. Für die Gebrauchseignung ist aber nur die richtige Konsistenz notwendig, während ihre Homogenität zum Zeitpunkt der Bestimmung und oft auch darüber hinaus ohne Belang ist, so daß für ihre Herstellung nach diesen Verfahren ein zu hoher Aufwand betrieben werden muß.

Weitere Nachteile dieses Verfahrens ergeben sich daraus, daß verschiedene Störgrößen, die auf die Einstellung der Konsistenz maßgeblichen Einfluß haben können, nur schwer erfaßt bzw. kontrolliert werden können. Solche Einflußfaktoren können z.B. sein:

Veränderungen in der Drehmoment-Motorstromkennlinie infolge von Schwankungen der Netzspannung und infolge der Erwärmung des Motors, Ablösungserscheinungen von Strömung am Rührwerk, verbunden mit Wirbelbzw. Hohlraumbildungen, wodurch wesentliche Abweichung vom normalen Viskositäts-Lastmomentverhalten hervorgerufen werden können. Eine sichere Beherrschung dieser Einflußfaktoren ist nur mit erheblichen Mehraufwendungen möglich, wie z.B. eine Stabilisierung der Netzspannung, bzw. hydraulischen Drucks. eine Überdimensionierung des Rührwerkmotors oder strömungstechnisch aünstiae schungstechnisch aber ungünstige Gestaltung des Rührwerks, denn die Wirbelbildung ist für eine Viskositätsmessung unerwünscht, aber für den Durchmischungsvorgang hingegen sehr erwünscht.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu schaffen, das ermöglicht, fließfähige Suspensionen mit definierter Konsistenz durch Zusetzen reiner Flüssigphase zu fließfähigen Rohsuspensionen unbekannter Konsistenz herzustellen, ohne hierzu eine gesonderte Bestimmung der Konsistenz der Rohsuspensionen durchführen zu müssen. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß eine im voraus gewählte defi-Behälter durch ein vertikal angeordnetes Ausflußrohr mit definierten Abmessungen in einen darunter befindlichen Auffangbehälter abläuft und daß nach Ablauf einer durch die Abemssungen des Auslaufrohres, sowie durch die gewünschte Konsistenz der herzustellenden Suspension bestimmbaren Zeit to, Flüssigphase mit einer konstanten, entsprechend der im voraus gewählten, definierten Menge an Rohsuspension, den Abmessungen des Auslaufrohres und der gegebenen materialspezifi-

10

15

20

30

35

schen Viskositäts-Konsistenz-Eigenschaften der Suspensionen fest eingestellten Zulaufgeschwindigkeit, solange der Rohsuspension im Auffangbehälter zugeführt wird, bis die im voraus gewählte definierte Menge  $\Delta Vm$  an Rohsuspension nach der Zeit  $t_1$  aus dem Behälter ausgelaufen ist. Dadurch wird erreicht, daß der im voraus gewählten definierten Menge  $\Delta Vm$  an Rohsuspension unbekannter Konsistenz genau die Menge  $\Delta V_F$  an Flüssigphase zugeführt wird, die zur Herstellung der gewünschten Konsistenz benötigt wird.

Eine weitere Homogenisierung der Suspension ist für analaytische Zwecke und auch darüber hinaus nicht erforderlich, wenn die gesamte im Auffangbehälter vorliegende Charge geschlossen in den Weiterverarbeitungsprozeß gelangt.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht eine apparativ sehr einfache Anordnung, da auch eine Regulierung der Druckhöhe  $h_1$  im Behälter während des Auslaufens der Rohsuspension nicht erforderlich ist. Es kann aber in bestimmten Fällen technologisch vorteilhaft sein, den Gesamtprozeß in mehrere gleiche Arbeitstakte aufzuteilen und die in einem · Arbeitstakt in den Auffangbehälter ablaufende Menge  $\Delta Vm$  an Rohsuspension im voraus so zu wählen, daß die Druckhöhe  $h_1$  nicht mehr als 10 % abnimmt.

Dadurch wird erreicht, daß die Auslaufgeschwindigkeit der Rohsuspension auf ihrem hohen Anfangswert erhalten bleibt, wenn die Druckhöhe h1 zwischen Auslauftakten auf den Anfangswert ho zurückgeführt wird, so daß die Zeit für die Verarbeitung einer bestimmten Gesamtmenge an Rohsuspension insgesamt verkürzt werden kann. Außerdem kann damit die Dosierung einer Gesamtmenge von Suspension der gewünschten Konsistenz mit einer relativen Abweichung vom Sollwert dieser Gesamtmenge erreicht werden, die dem Verhältnis des vorgegebenen  $\Delta Vm$  eines Arbeitstaktes zum einzustellenden Gesamtvolumen der fertigen Suspension entspricht.

In solchen Fällen, in denen die Gesamtmenge der in einer Charge herzustellenden Suspension das Fassungsvermögen des Behälters um ein vielfaches übersteigt, ist es technologisch vorteilhaft, die Höhe des Druckes über dem Einlaufniveau des Auslaufrohres zu regulieren und vorzugsweise konstant zu halten. Damit wird erreicht, daß der Behälter mit unverminderter Auslaufgeschwindigkeit entleert werden kann, was zu einer erheblichen Verkürzung der Taktzeit führt.

Eine konstante Höhe des Druckes kann zum Beispiel dadurch erreicht werden, daß ein oder mehrere Verdrängungskörper vorgesehen sind, deren Volumen entsprechend dem Volumen der ausgeflossenen Rohsuspension zunimmt und damit die Druckhöhe ho konstant bleibt.

Eine andere Möglichkeit besteht darin, über

der Rohsuspension im Behälter ein geschlossenes Gasdruckpolster, dessen Druck P  $_{\rm D}$  während des Auslaufvorganges proportional der Druckhöhendifferenz  $\Delta h$  zwischen dem ursprünglichen und jeweils erreichten Füllstand erhöht wird, dergestalt , daß die Summe von Druck P  $_{\rm D}$  und dem jeweiligen anliegenden hydrostatischen Druck der Rohsuspension konstant ist.

Bei Anwendungsfällen mit sehr hohen Anforderungen an die Genauigkeit der zu erzielenden Konsistenzwerte kann eine mehrstufige Anwendung des Verfahrens zweckmäßig sein, wobei jede nachfolgende Stufe der Kontrolle und Korrektur der Fehler der vorangegangenen Stufe dient und eine Verringerung der Fehlergröße von Stufe zu Stufe eintritt.

Eine Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens zeichnet sich dadurch aus, daß aus einem Behälter Rohsuspension unter konstantem bzw. annähernd konstantem Druck am oberen Einlaufniveau des Auslaufrohres durch dieses vertikal angeordnete Auslaufrohr mit definierten Abmessungen, in einen darunter befindlichen Auffangbehälter, in einer voraus gewählten definierten Zeit t<sub>1</sub>, abläuft und daß die Differenz zwischen einem durch den Druck, die gewählte Auslaufzeit t1, die Abmessungen des Auslaufrohres und die gewünschte Konsistenz bestimmten Standardvolumen Vs. und dem tatsächlich ausgelaufenen Volumen Vm an Rohsuspension bestimmt wird und daß anschließend eine solche Menge Vw über einen Flüssigphasenzulauf an Flüssigphase in den Auffangbehälter zudosiert wird, welche proportional dieser Volumendifferenz AV ist, wobei der Proportionalitätsfaktor tanß durch einen Sollwert der Auslaufgeschwindigkeit, die Abmessungen des Auslaufrohres sowie durch die materialspezifischen Viskositäts-Konsistenz-Eigenschaften der Suspension bestimmt ist.

Dadurch wird erreicht, daß der in der vorgegebenen Auslaufzeit t1 auslaufenden Menge an Rohsuspension unbekannter Konsistenz genau die Menge an Flüssigphase zugeführt wird, die zur Herstellung der gewünschten Konsistenz erforderlich ist.

Eine weitere Homogenisierung der Suspension ist für analytische Zwecke und auch darüber hinaus nicht erforderlich, wenn die gesamte im Auffangbehälter vorliegende Charge geschlossen in den weiteren Verarbeitungsprozeß gelangt.

Die Erfindung soll nachstehend an mehreren Ausführungsbeispielen näher erläutert werden. In der dazugehörigen Zeichnung zeigen:

Fig. 1: eine apparative Anordnung zur Verfahrensrealisierung

Fig. 2: das V-t-Diagramm zur Darstellung des Verfahrensablaufes gemäß Fig. 1

Fig. 3: das V-t-Diagramm zur Flüssigkeitsphasenzugabe gemäß Fig. 1.

10

Fig. 4: die apparative Anordnung zur Verfahrensrealisierung mit  $\Delta Vm$  10%.

Fig.5/6: die apparative Anordnung zur Verfahrensrealisierung mit  $h_0$  = konstant

Fig. 7: eine apparative Anordnung zur Verfahrensrealisierung mit Gasdruckpolster

Fig. 8: das V-t-Diagramm zur Verfahrensrealisierung gem. Fig. 5, 6 und 7

Fig. 9: eine weitere apparative Anordnung zur Verfahrensrealisierung mit Gasdruckpolster

Fig.10: das V-t-Diagramm zur Verfahrensrealisierung gem. Fig. 9

Fig. 11: das V-V-Diagramm zur Verfahrensrealisierung gem. Fig. 9

Nach Figur 1-3 wird in einem Behälter 1 eine Menge  $Vm_0$  an fließfähiger Rohsuspension durch eine Überlauf 5 und/oder einen Schwimmer 6 vorgegeben. Im Auslauftakt  $T_A$  wird über ein vertikal angeordnetes Auslaufrohr 2 eine im voraus gewählte definierte Menge  $\Delta Vm$  an fließfähiger Rohsuspension in einen darunter befindlichen Auffangbehälter 3 abgelassen. Zu vorgegebenen Zeitpunkt  $t_0$  gem. Fig. 2 wird der Flüssigphasenzulauf 4 geöffnet. Ein konstanter Flüssigphasenstrom  $tan\alpha$  fließt während der Zeit  $\Delta t$  gleichzeitig mit der auslaufenden Rohsuspension in den Auffangbehälter 3.

Ist die im voraus gewählte definierte Menge ΔVm an Rohsuspension zum Zeitpunkt t₁ aus dem Behälter 1 ausgelaufen, wird sowohl das Auslaufrohr 2, als auch der Flüssigphasenzulauf 4 geschlossen und somit der Auslauftakt TA beendet. Das im Auffangbehälter 3 entstandene Gemenge hat die gewünschte Zusammensetzung und kann homogenisiert werden, wobei es dann die gewünschte Konsistenz aufweist, oder geschlossen einem Verarbeitungsprozeß nachfolgenden zugeführt werden kann. Durch einen Fülltakt T<sub>F</sub>, in dem der Behälter 1 auf das Volumen Vmo aufgefüllt wird, wird der Ausgangszustand wieder hergestellt und der Arbeitstakt T abgeschlossen.

Eine Verkürzung des Gesamtprozesses bei gleicher apparativer Anordnung nach Fig. 1 und vorgenanntem Verfahrensablauf wird durch eine Verringerung des Verhältnisses von ΔVm zu Vmokleiner oder gleich dem Wert 0,1 und einer Hintereinanderfolge mehrerer Arbeitstakte T entsprechend Fig. 4 erreicht.

Eine Variante dieses Verfahrensprinzips wird durch die Figuren 5-8 dargestellt.

Bei der Nutzung des Verfahrensprinzips mit veränderter apparativer Anordnung gemäß Fig. 5, 6 und 7 wird die Dauer des Auslauftaktes T<sub>A</sub> wie folgt verkürzt. Durch definiertes Einführen eines Verdrängungskörpers 7 gemäß Fig. 5 und 6 in die im Behälter 1 befindliche Rohsuspension über den Zeitraum des Auslauftaktes T<sub>A</sub>, wird gerade immer soviel Rohsuspension verdrängt, wie bis zu dem jeweiligen Zeitpunkt ausgelaufen ist. Die damit er-

reichte Beibehaltung der Anfangsdruckhöhe he bewirkt eine Erhaltung, der Anfangsauslaufgeschwindigkeit und damit eine Verkürzung des Auslauftaktes T A. Die Beibehaltung der Anfangsauslaufgeschwindigkeit wird ebenfalls erreicht, wenn, wie in Fig. 7 gezeigt, auf den Spiegel der Rohsuspension ein proportional zur sinkenden Druckhöhe h gegenüber dem Einlaufniveau 8 steigender Gasdruck PD aufgebracht wird. Hierzu ist ein geschlossener Behälter 1 erforderlich.

Nach Fig. 9-11 wird ein Behälter 1 mit Rohsuspension bis zur Füllhöhe ho aufgefüllt. In dem von der vorgegebenen Auslaufzeit to bestimmten Auslauftakt Ta fließt eine von der jeweiligen Konsistenz der Rohsuspension abhängigen Menge Vm über ein vertikal angeordnetes Auslaufrohr 2 am Behälter 1 in den Auffangbehälter 3. Der erforderliche konstante Druck am oberen Einlaufniveau 8 des Auslaufrohres 2 und damit eine annähernde Beibehaltung der Anfangsauslaufgeschwindigkeit wird z.B. durch einen proportional zur sinkenden Höhe ho steigenden Gasdruck PD auf den Spiegel der Rohsuspension im Behälter 1 erreicht.

Das nach Beendigung des Auslauftaktes TA sich im Auffangbehälter 3 zwischen der ausgelaufenen Menge Vm an Rohsuspension und des entsprechend der gewünschten Konsistenz in der Auslaufzeit ti vorgegebenen Standardvo lumens Vs, ergebende Differenzvolumen  $\Delta V$  wird z.B: mittels Potentiometer ermittelt und reguliert entsprechend seiner Größe über einen vorgegebenen Proportionalitätsfaktor tanß eine Menge Flüssigphase, die dem Auffangbehälter 3 zugeführt wird. Gleichzeitig erfolgt das erneute Auffüllen des Behälters 1 bis zur Füllhöhe ho als Fülltakt Tr. Das im Auffangbehälter 3 entstandene Gemenge hat die gewünschte Zusammensetzung und kann homogenisiert werden, wobei es dann die gewünschte Konsistenz aufweist, oder geschlossen einem nachfolgenden Verarbeitungsprozeß werden kann.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich vor allem durch seinen geringen apparativen und regelungstechnischen Aufwand aus.

Von großem Vorteil erweist es sich, daß ständig vorhandene, technologische Größen als Maßgrößen für die Regelprozesse einen Einsatz besonderer Meßtechnik erübrigt. Die notwendige Fließfähigkeit der Rohsuspension erfordert es nicht, den sehr hohen Aufwand für eine durchgängige Homogenisierung zu betreiben. Die Variabilität der apparativen Ausbildung ermöglicht eine hohe Anpassungsfähigkeit an die unterschiedlichsten technologischen Anforderungen bei der Herstellung und Weiterverarbeitung solcher Suspensionen.

40

5

15

25

35

45

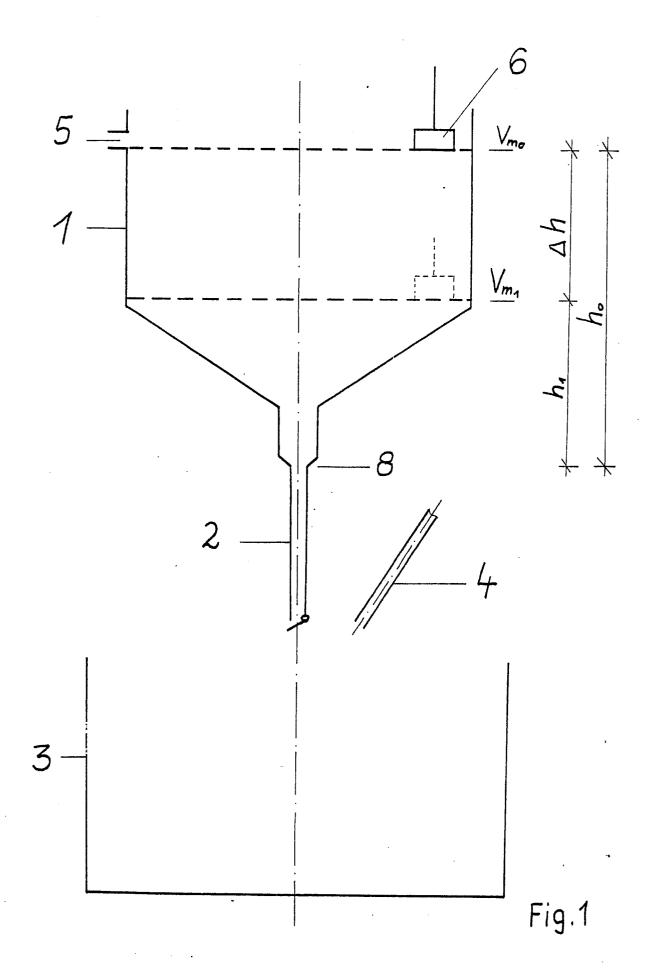
50

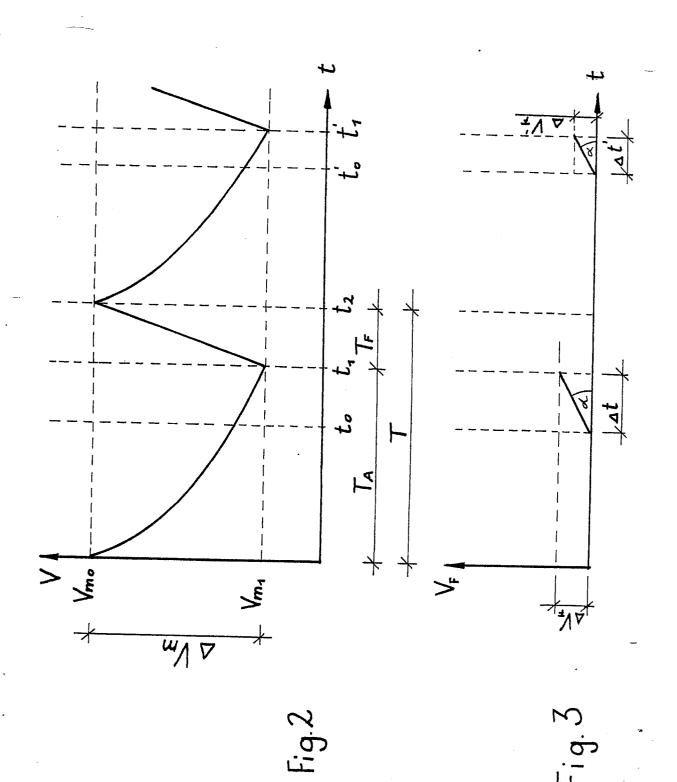
55

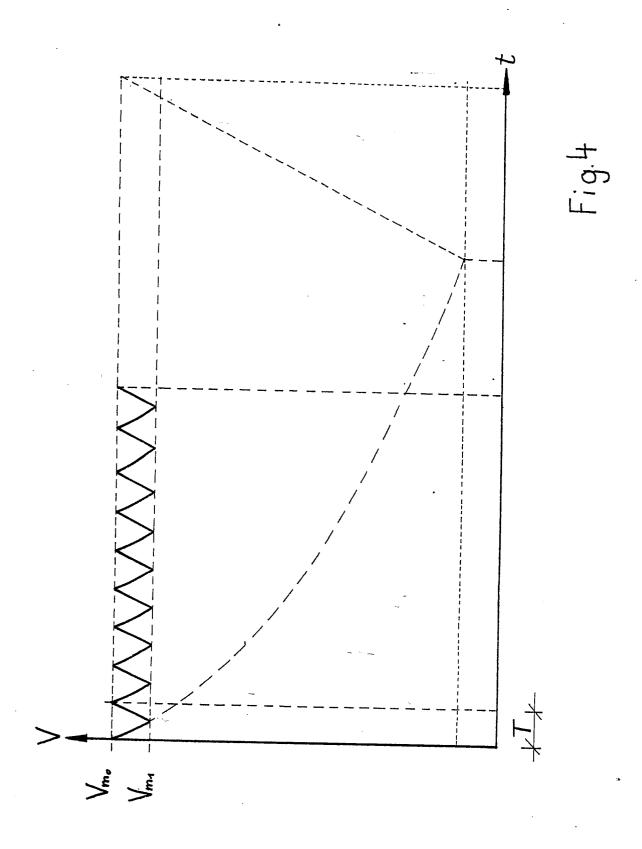
## **Ansprüche**

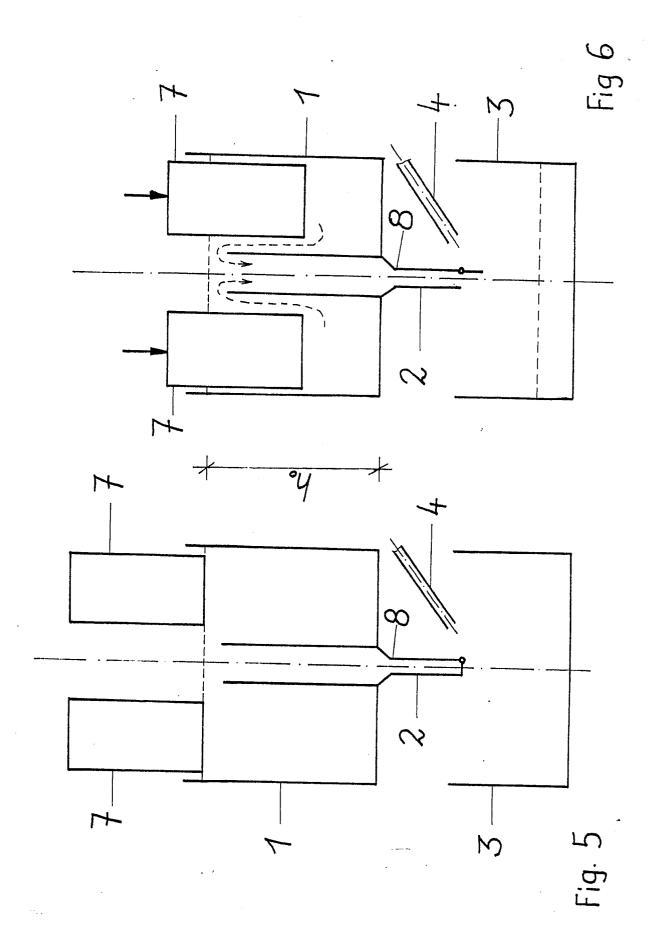
- 1. Verfahren zur Herstellung fließfähiger Suspensionen mit definierter Konsistenz dadurch gekennzeichnet, daß eine im voraus gewählte definierte Menge AVm fließfähiger Rohsuspension aus einem Behälter (1) durch ein vertikal angeordnetes Ausflußrohr (2) mit definierten Abmessungen in einen darunter befindlichen Auffangbehälter (3) abläuft und daß nach Ablauf einer durch die Abmessungen des Auslaufrohres (2) sowie die gewünschte Konsistenz der herzustellenden Suspension bestimmbaren Zeit to, Flüssigphase mit einem konstanter, entsprechend den Abmessungen Auslaufrohres (2) und der gegebenen materialspezifischen Viskositäts-Konsistenz-Beziehungen der Suspensionen, fest eingestellten Flüssigphasenstrom  $tan\alpha$ , solange der Rohsuspension im Auffangbehälter (3) zugeführt wird, bis die im voraus gewählte definierte Menge ΔVm an Rohsuspension aus dem Behälter (1) ausgelaufen ist.
- 2. Verfahren zur Herstellung fließfähiger Suspensionen mit definierter Konsistenz dadurch gekennzeichnet, daß aus einem Behälter (1) Rohsuspension unter konstantem bzw. annähernd konstantem Druck durch ein vertikal angeordnetes Ausflußrohr (2) mit definierten Abmessungen, in einen darunter befindlichen Auffangbehälter (3) in einer im voraus gewählten definierten Zeit t1 abläuft und daß die Differenz zwischen einem durch den Druck, die gewählte Auslaufzeit t<sub>1</sub>, die Abmessungen des Auslaufrohres (2) und die gewünschte Konsistenz bestimmten Standardvolumen V<sub>S</sub> und dem tatsächlich ausgelaufenen Volumen Vm an Rohsuspension bestimmt wird und daß anschließend eine solche Menge Vw an Flüssigphase in den Auffangbehälter (3) zudosiert wird, welche proportional dieser Volumendifferenz AV ist, dergestalt, daß der Proportionalitätsfaktor  $tan\beta$ , durch einen Sollwert der Auslaufgeschwindigkeit, die Abmessungen des Auslaufrohres (2) sowie durch die materialspezifischen Viskositäts-Konsistenz-Eigenschaften der Suspension bestimmt ist.
- 3. Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die im voraus gewählte Menge ΔVm an Rohsuspension so gewählt wird, daß die Druckhöhe h₁ gegenüber der Druckhöhe h₀ im Behälter (1) nicht mehr als 10 % abnimmt.
- 4. Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Höhe des Druckes über dem Einlaufniveau (8) des Auslaufrohres (2) durch Beeinflussung der Druckhöhe h<sub>1</sub> reguliert und vorzugsweise konstant gehalten wird.
- 5. Verfahren nach Patentanspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Höhe des Druckes über dem Einlaufniveau (8) des Auslaufrohres (2) durch ein Gasdruckpolster reguliert und vorzugsweise konstant gehalten wird.

6. Verfahren nach Patentanspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der konstante Druck mittels einer der Auslaufmenge entsprechenden kontinuierlichen Zuführung an Menge von Rohsuspension und/oder über ein Konstanthalten der Druckhöhe hogewährleistet wird.









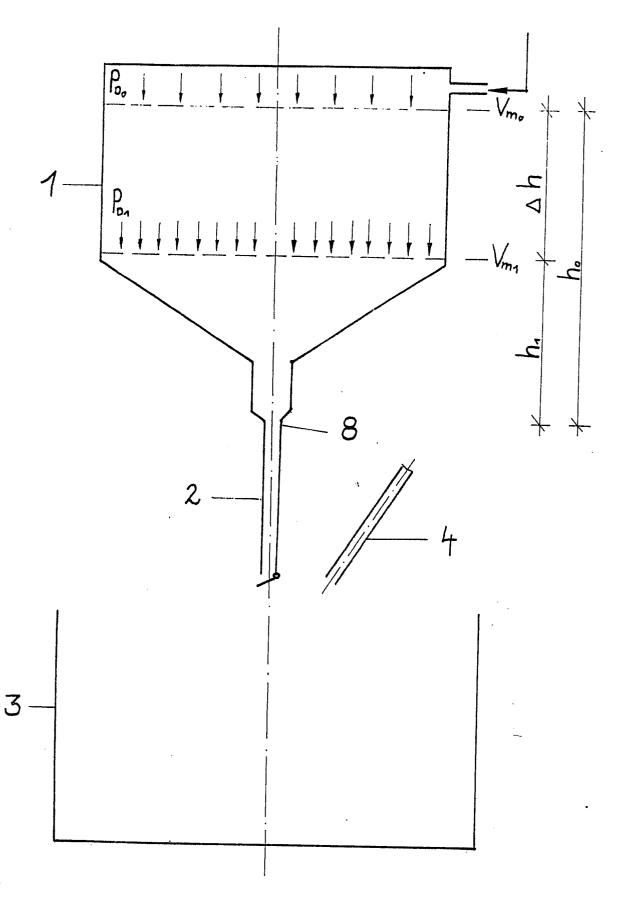


Fig.7

