

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

**0 276 742
A2**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21)

Anmeldenummer: **88100769.4**

(51)

Int. Cl.⁴: **B02C 19/06**

(22)

Anmeldetag: **20.01.88**

(30)

Priorität: **30.01.87 DE 3702787**

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.08.88 Patentblatt 88/31

(34)

Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT NL

(71)

Anmelder: **BAYER AG**

D-5090 Leverkusen 1, Bayerwerk(DE)

(72)

Erfinder: **Zander, Hans-Günter, Dipl.-Ing.**

Friedensstrasse 229

D-4150 Krefeld 11(DE)

Erfinder: **Bornefeld, Horst, Dr.**

Doerperhofstrasse 39

D-4150 Krefeld(DE)

Erfinder: **Holle, Bernd-Michael, Dr.**

Bethelstrasse 52

D-4150 Krefeld(DE)

(54)

Verfahren und Vorrichtung zum Mikronisieren von Feststoffen in Strahlmühlen.

(57)

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Mikronisieren von Feststoffen in Strahlmühlen, wobei die Feststoffe über einen Injektor in die Strahlmühle eingebracht werden und wobei die Mikronisierung gegebenenfalls in Gegenwart von Mahl- und/oder Dispergierhilfsmitteln erfolgt, wobei die Feststoffe dem Injektor zwangsweise zugeführt werden.

EP 0 276 742 A2

Verfahren und Vorrichtung zum Mikronisieren von Feststoffen in Strahlmühlen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Mikronisieren von Feststoffen in Strahlmühlen, wobei die Feststoffe mittels eines Treibgases über einen Injektor in die Strahlmühle eingebracht werden und wobei die Mikronisierung gegebenenfalls in Gegenwart von Mahl- und oder Dispergiermitteln erfolgt.

Die Mikronisierung von Feststoffen kann in Strahlmühlen, beispielsweise vom Typ der Spiral- oder Gegenrohrstrahlmühlen durchgeführt werden (vergl. Winnacker KÜCHLER: Chemische Technologie, 4. Auflage, Band 1, S. 91-93, Carl Hanser Verlag München Wien 1984). Strahlmühlen bestehen aus einem Mahlraum, in der Wasserdampf- oder Luftstrahlen mit hohen Geschwindigkeiten eingeblasen und die zu mikronisierenden Feststoffe (im folgenden auch als Mahlgut bezeichnet) über einen Injektor mit einem Treibgas eingebracht werden. Als Treibgas wird dabei zumeist Druckluft oder Wasserdampf (im folgenden kurz als Dampf bezeichnet) verwendet. Die Zuführung der Feststoffe in den Injektor erfolgt in der Regel über einen Einlauftrichter bzw. eine Eintragschurre.

Zur Unterstützung der Mikronisierung werden oft auch Mahlhilfsmittel dem Feststoff zugegeben. Insbesondere bei Pigmenten werden darüber hinaus zumeist Dispergierhilfsmittel eingesetzt, die deren Dispergierbarkeit in verschiedenen Materialien verbessern und zugleich auch die Mikronisierung der Pigmente unterstützen. Die oben genannte Art des Eintrags von Feststoffen in Strahlmühlen hat den Nachteil, daß Mahlstörungen aufgrund von Verstopfungen des Injektors und Ablagerungen des Mahlgutes an den Wänden des Einlauftrichters auftreten können.

Diese Mahlstörungen führen in der Regel zu einer verminderten Qualität des mikronisierten Feststoffs. Zudem kann bei diesen Mahlstörungen Mahlgut aus der unter Überdruck stehenden Strahlmühle austreten.

Die Aufgabe der Erfindung bestand darin, ein Verfahren zum Mikronisieren von Feststoffen in Strahlmühlen bereitzustellen, daß die beschriebenen Nachteile nicht aufweist.

Es wurde nun gefunden, daß Mahlstörung und die damit verbundenen Probleme nicht auftreten, wenn die Feststoffe dem Injektor der Strahlmühle zwangsweise zugeführt werden.

Unter dem Begriff "zwangsweise Zuführung der Feststoffe" wird erfindungsgemäß verstanden, daß den Feststoffen nur ein Freiheitsgrad zur Bewegung zur Verfügung steht, d. h. daß die Feststoffe in einer erzwungenen Bewegungsrichtung transportiert werden. Ein Ausweichen der Feststoffe in eine andere Bewegungsrichtung, wie dies bei

der herkömmlichen Zuführung der Feststoffe in den Injektor über Einlauftrichter bzw. Eintragschurren möglich war (Austreten von Mahlgut aus der Strahlmühle aufgrund von Verstopfungen der Apparatur), ist ausgeschlossen.

Gegenstand der Erfindung ist somit ein Verfahren zum Mikronisieren von Feststoffen in Strahlmühlen, wobei die Feststoffe über einen Injektor in die Strahlmühle eingebracht werden und wobei die Mikronisierung gegebenenfalls in Gegenwart von Mahl- und oder Dispergiermitteln erfolgt, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß die Feststoffe dem Injektor zwangsweise zugeführt werden.

Die zwangsweise Zuführung der Feststoffe erfolgt vorzugsweise über eine pneumatische Fördervorrichtung. In dieser pneumatischen Fördervorrichtung werden die Feststoffe mit einem Treibgas, vorzugsweise Druckluft, fluidisiert und zum Injektor transportiert. Die Fluidisierung der Feststoffe kann auch mit anderen Gasen, wie beispielsweise Dampf, erfolgen.

Um einen störungsfreien Betrieb der pneumatischen Fördervorrichtung zu gewährleisten, ist es vorteilhaft, die Feststoffe zwangsweise und rückstoßfrei in diese einzu tragen. Dies geschieht vorzugsweise mittels einer Druckschleuse. Dabei können geeignete Druckschleusen verschiedenster Bauart eingesetzt werden. Bevorzugt werden Druckschleusen, die aus einer Kombination einer Austrageschleuse und einer Durchblaseschleuse bestehen.

Es ist besonders vorteilhaft, wenn der Eintrag der Feststoffe in die pneumatische Fördervorrichtung in gleichmäßiger Dosierung erfolgt.

Die gleichmäßige Dosierung wird vorzugsweise durch Dosierwaagen vorgenommen. Sie kann aber auch über eine Volumenmessung der Feststoffe erfolgen. Diese Verfahrensvarianten ermöglichen das Einhalten von definierten Treibgas-Feststoffverhältnissen in der pneumatischen Fördervorrichtung. Je nach den Erfordernissen kann dadurch das Treibgas-Feststoffverhältnis durch Variation der Feststoffmenge jederzeit Sollwerten angepaßt werden.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren werden Injektoren bevorzugt, die gemäß Fig. 1 aus einer Kombination von einer Dampfleitung (11), einer Strahldüse (13), einem Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) und einer Fangdüse (15) bestehen. Diese spezielle Anordnung gewährleistet einen gleichmäßigen Eintrag des Feststoff-Träbergasgemisches in die unter Überdruck stehende Strahlmühle.

In einer sehr vorteilhaften Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die zwangsweise Zuführung der Feststoffe sowie gegebenenfalls die Zugabe von Mahl- und oder Dispergierhilfsmittel über eine Druckmessung an einer Einrichtung in der Strahlmühle überwacht, wobei die Einrichtung gegebenenfalls zugleich als Mahl- und oder Dispergierhilfsmittelaufgabevorrichtung dient.

Die Druckmessung erfolgt vorzugsweise in Meßzyklen, wobei zwischen den Meßzyklen durch einen Druckstoß oder durch eine konstante Spülluftmenge, der zwischen den Meßzyklen ein Druckstoß überlagert ist, ein Verstopfen der Einrichtung verhindert wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann bei der Mikronisierung von verschiedensten Feststoffen eingesetzt werden. Besonders vorteilhaft können Pigmente, insbesondere anorganische Pigmente wie Titandioxidpigmente, Eisenoxidpigmente, Chromoxidpigmente und Mischphasenpigmente, nach diesem Verfahren mikronisiert werden. Durch die spezielle Mahl- bzw. Dispergierhilfsmittelaufgabevorrichtung in der Strahlmühle wird eine gleichmäßige und homogene Beschichtung der Pigmente mit Dispergierhilfsmitteln erreicht.

Bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens treten keine Mahlstörungen mit den damit verbundenen Problemen auf.

Zudem wird durch die beschriebenen Dosier- und Überwachungsmaßnahmen der Mahlvorgang und die Förderung der Feststoffe optimiert. Dies ermöglicht eine wesentlich höhere Auslastung der Strahlmühle, ohne daß eine Qualitätsminderung der mikronisierten Feststoffe eintritt.

Gegenstand der Erfindung ist ferner eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese Vorrichtung besteht aus

- a) einer Dosiervorrichtung
- b) einer Zwangseintragsvorrichtung
- c) einem Injektor und
- d) einer Strahlmühle

Die Dosiervorrichtung kann aus unterschiedlichsten Einrichtungen bestehen, die eine Dosierung von Feststoffen ermöglichen. Es ist vorteilhaft, wenn sie gemäß Fig. 1 aus einer Kombination eines Vorratsgefäßes (1), eines Schwenkschiebers (2), eines Zellenrades (3) und einer Dosierwaage (5) besteht.

Auch die Zwangseintragsvorrichtung, der Injektor und die Strahlmühle können verschiedenster Bauart sein.

Vorzugsweise besteht dabei die Zwangseintragsvorrichtung gemäß Fig. 1 aus einer Kombination einer Eintragsschurre (6), einer Austragschleuse (7), einer Durchblaseschleuse (9) und einer pneumatischen Fördervorrichtung (10).

Einzelne Teile der Zwangseintragsvorrichtung können durch andere geeignete Teile bzw. Appara-

turen ersetzt werden. Beispielsweise können anstatt der Austragsschleuse (7) und der Durchblaseschleuse (9), Druckschleusen anderer Art aber gleicher Funktionsweise eingebaut sein.

Besonders bevorzugt ist eine erfindungsgemäße Vorrichtung, in der der Injektor gemäß Fig. 1 aus einer Kombination einer Dampfleitung (11), einer Strahldüse (13), einem Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) und einer Fangdüse (15) besteht.

Der Injektor kann aber auch hekömmlicher Bauart sein. Ein solcher Injektor ist beispielsweise in Winnacker, Küchler, Chemische Technologie, 4. Auflage, Band 1, S. 93, Carl Hanser Verlag München, Wien, 1984, abgebildet.

Besonders bevorzugt ist auch eine erfindungsgemäße Vorrichtung, bei der in der Strahlmühle gemäß Fig. 1 eine Einrichtung (17) zur Druckmessung eingebaut ist, die gegebenenfalls zugleich als Mahl- und oder Dispergierhilfsmittelaufgabevorrichtung dient.

Das erfindungsgemäße Verfahren und die dazugehörige Vorrichtung sollen anhand der Fig. 1 näher erläutert werden.

Das Mahlgut wird in das Vorratsgefäß (1) gegeben. Am Auslauf des Vorratsgefäßes befindet sich ein Schwenkschieber (2), mit dem der Auslauf geschlossen und geöffnet werden kann. Über die Dosierwaage (5), die vom Zellenrad (3) gespeist wird, gelangt das Mahlgut zur Zwangseintragsvorrichtung. Die Drehzahl des Zellenrades (3) wird dabei in Abhängigkeit von der gewünschten Aufgabemenge des Mahlguts geregelt.

Die Verbindungsleitung (4), an die sich ein Staubfilter anschließt, dient zum Druckausgleich. In der Zwangseintragsvorrichtung gelangt das Mahlgut über die Eintragsschurre (6) in die Druckschleuse, die aus einer Austragsschleuse (7) und einer Durchblaseschleuse (9) besteht. Über diese spezielle Druckschleuse werden die Feststoffe zwangsweise und rückstoßfrei in die pneumatische Fördervorrichtung (10) transportiert. In der pneumatischen Fördervorrichtung wird das Mahlgut mit Druckluft fluidisiert und zum Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) des Injektors gefördert. Die Druckluftmenge kann dabei mit dem Meßgerät (8) überwacht werden. Das fluidisierte Mahlgut wird schließlich mit Dampf, der über die Dampfleitung (11) und die Strahldüse (13) zum Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) geleitet wird, über die Fangdüse (15) in die Strahlmühle (16) transportiert. Die Dampfmenge wird dabei mit dem Meßgerät (12) überwacht.

Am Eingang der Strahlmühle befindet sich eine Einrichtung (17) zur Druckmessung, über die auch Mahl- und oder Dispergierhilfsmittel zugegeben werden können. Die Einrichtung besteht erfindungsgemäß aus mehreren Öffnungen bzw. Rohrenden,

wobei sich an eine Öffnung eine Apparatur zur Druckmessung anschließt und über die anderen Öffnungen ein oder mehrere Mahl- und oder Dispergierhilfsmittel den fluidisierten Feststoffen zugegeben werden können. Die Zugabe der Mahl- und oder Dispergierhilfsmittel erfolgt dabei vorzugsweise über Dosierpumpen.

Die Druckmessung wird in Meßzyklen durchgeführt. Zwischen den jeweiligen Meßzyklen wird auf die Einrichtung (17) ein Druckstoß oder eine konstante Spülluftmenge, der ein Druckstoß überlagert ist, gegeben, wodurch ein Verstopfen der Einrichtung mit Feststoff verhindert wird.

Mit dieser speziellen Einrichtung kann der gesamte Mahlvorgang, einschließlich der Dosierung des Mahlguts, dem Zwangseintrag der Feststoffe in den Injektor, dem Betrieb des Injektors sowie der Zugabe von Mahl- und oder Dispergierhilfsmitteln überwacht werden. Die Zugabe der Mahl- und oder Dispergierhilfsmittel kann mit Hilfe der Dosierwaage und dieser speziellen Meßeinrichtung exakt in Abhängigkeit vom Gewicht des Mahlguts erfolgen.

Bei Abweichungen des Druckes innerhalb der Mühle von einem vorgegebenen Sollwert, d.h. Abweichungen von den optimalen Mahlbedingungen, können schnelle Korrekturmaßnahmen durchgeführt werden, wodurch Qualitätsschwankungen bei den mikronisierten Feststoffen sicher vermieden werden.

Das folgende Beispiel zeigt die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens im Vergleich zu einem herkömmlichen Verfahren zum Mikronisieren von Feststoffen:

Beispiel 1

Ein nach dem Sulfatverfahren hergestelltes Titandioxidpigment mit Rutilstruktur, das mit 0,8 Gew.-% SiO_2 und 2,2 Gew.-% Al_2O_3 nachbehandelt war, wurde unter Zusatz eines Dispergierhilfsmittels in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung gemäß Abb. 1 mikronisiert. Als Dispergierhilfsmittel wurde ein in Wasser gelöstes Umsetzungsprodukt von Trimethylolpropan mit Ethylenoxid eingesetzt, wie es in der DE-B-1 467 442, Beispiel 2, beschrieben ist. Die Menge des Dispergierhilfsmittels betrug 0,25 Gew.-% bezogen auf das trockene Pigment.

Die Vorrichtung setzte sich aus folgenden Einzelteilen zusammen:

a) einer Dosiervorrichtung, bestehend aus einer Kombination eines Vorratssilos (1), eines Schwenkschiebers (2), eines Zellenrades (3) und einer Bandwaage (5), wobei sämtliche Geräte üblicher Bauart waren;

b) einer Zwangseintragsvorrichtung, bestehend aus einer Kombination einer Eintragsschurre (6) üblicher Bauart, einer Austrageschleuse (7), ein-

er Durchblaseschleuse (9) und einer pneumatischen Fördervorrichtung (10), wobei die Austrageschleuse und die Durchblaseschleuse handelsübliche Zellenräder aus V4A-Stahl mit einem Zellenraddurchmesser von 300 mm waren und die pneumatische Fördervorrichtung eine Preßluftleitung mit Meßbiende war;

c) einem speziellen Injektor mit einer Dampfleitung (11) üblicher Bauart, einer Strahldüse (13), einem Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) und einer Fangdüse (15), wobei die Strahldüse eine handelsübliche Düse aus Gußbronze war, die Fangdüse aus einem Venturirohr aus ST-6-Stahl bestand und das Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) aus einem V4A-Stahlrohr mit einem Durchmesser von 80 mm gefertigt war;

d) einer Spiralstrahlmühle (16) üblicher Bauart mit einem Durchmesser von 915 mm, in der sich am Eingang der Mühle hinter der Fangdüse (15) eine Einrichtung zur Druckmessung (17) befand, über die auch die Dispergierhilfsmittelaufgabe erfolgte.

Das Dispergierhilfsmittel wurde in der angegebenen Menge über eine handelsübliche Dosierpumpe dem fluidisierten Pigment zugegeben. Die Druckmessung erfolgte mit einer Druckmeßapparatur üblicher Bauart.

Die pneumatische Fördervorrichtung wurde mit Luft mit einem Druck von 4 bar betrieben. Pro Stunde und pro Tonne des Titandioxidpigmentes wurden 130 cm^3 (0,16 Tonnen) Luft verbraucht.

Zur Mikronisierung wurden 2,0 Tonnen Dampf pro Tonne des Titandioxidpigmentes benötigt.

Der Durchsatz des Titandioxidpigmentes betrug 2,0 bis 2,0 Tonnen pro Stunde.

Beim Betrieb dieser Vorrichtung traten keinerlei Mahlstörungen auf und das mikronisierte Titandioxidpigment konnte in der gewünschten guten Qualität erhalten werden.

Beispiel 2 (Vergleichsbeispiel)

Das in Beispiel 1 eingesetzte Titandioxidpigment wurde unter Zusatz des gleichen Dispergierhilfsmittels in einer herkömmlichen Vorrichtung mikronisiert, wie sie in Winnacker, Küchler, Chemische Technologie, 4. Auflage, Band 1, S. 93. Carl Hanser Verlag München, Wien, 1984, abgebildet ist. Es wurde eine Spiralstrahlmühle des gleichen Typs wie in Beispiel 1 eingesetzt.

Der Eintrag des Pigmentes in den Injektor erfolgte über eine Eintragsschurre, wobei der Injektor und die Eintragsschurre üblicher Bauart waren. Die Dispergierhilfsmittelzugabe erfolgte in bekannter Weise durch kontinuierliches Besprühen des Pigmentes in der Eintragsschurre in der gleichen Menge wie in Beispiel 1 angegeben.

Beim Betrieb dieser Vorrichtung wurden zur Mikronisierung 2,4 Tonnen Dampf pro Tonne Titandioxidpigment verbraucht. Der Durchsatz des Titandioxidpigmentes betrug 1.5 bis 1.8 Tonnen pro Stunde.

Es traten bis zu zehn Mahlstörungen pro Tag auf, was damit verbunden auch zur Produktion von Pigment mit teilweise verminderter Qualität führte.

Der Vergleich zu Beispiel 1 zeigt, daß bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens die Durchsatzmengen des Titandioxidpigmentes erheblich gesteigert werden konnten. Damit verbunden war eine Dampfersparnis von 0,4 Tonnen pro Tonne des Titandioxidpigmentes und die Produktion von Pigment mit verminderter Qualität wird sicher vermieden.

Ansprüche

1. Verfahren zum Mikronisieren von Feststoffen in Strahlmühlen, wobei die Feststoffe über einen Injektor in die Strahlmühle eingebracht werden und wobei die Mikronisierung gegebenenfalls in Gegenwart von Mahl- und/oder Dispergierhilfsmitteln erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß die Feststoffe dem Injektor zwangsweise zugeführt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zwangsweise Zuführung über eine pneumatische Fördervorrichtung erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Feststoffe zwangsweise und rückstoßfrei in die pneumatische Fördervorrichtung eingetragen werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Eintrag der Feststoffe mittels einer Druckschleuse erfolgt.

5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Eintrag in gleichmäßiger Dosierung erfolgt.

6. Verfahren nach einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Injektor aus einer Kombination von einer Dampfleitung (11), einer Strahldüse (13), einem Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) und einer Fangdüse (15) besteht.

7. Verfahren nach einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die zwangsweise Zuführung der Feststoffe sowie gegebenenfalls die Zugabe von Mahl- und oder Dispergierhilfsmitteln über eine Druckmessung an einer Einrichtung in der Strahlmühle überwacht wird, wobei die Einrichtung gegebenenfalls zugleich als Mahl- und oder Dispergierhilfsmittelaufgabevorrichtung dient.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Druckmessung in Meßzyklen erfolgt und daß zwischen den Meßzyklen durch

einen Druckstoß oder durch eine konstante Spülluftmenge, der zwischen den Meßzyklen ein Druckstoß überlagert ist, ein Verstopfen der Einrichtung verhindert wird.

9. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 8, bestehend aus

- a) einer Dosiervorrichtung,
- b) einer Zwangseintragsvorrichtung,
- c) einem Injektor und
- d) einer Strahlmühle

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwangseintragsvorrichtung aus einer Kombination von einer Eintragsschurre (6), einer Austragsschleuse (7), einer Durchblaseschleuse (9) und einer pneumatischen Fördervorrichtung (10) besteht.

11. Vorrichtung nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Injektor aus einer Kombination von einer Dampfleitung (11), einer Strahldüse (13), einem Feststoff-Dampf-Luftmischrohr (14) und einer Fangdüse (15) besteht.

12. Vorrichtung nach einem oder mehrerer der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß sich in der Strahlmühle eine Einrichtung (17) zur Druckmessung befindet, die gegebenenfalls zugleich als Mahl- und oder Dispergierhilfsmittelaufgabevorrichtung dient.

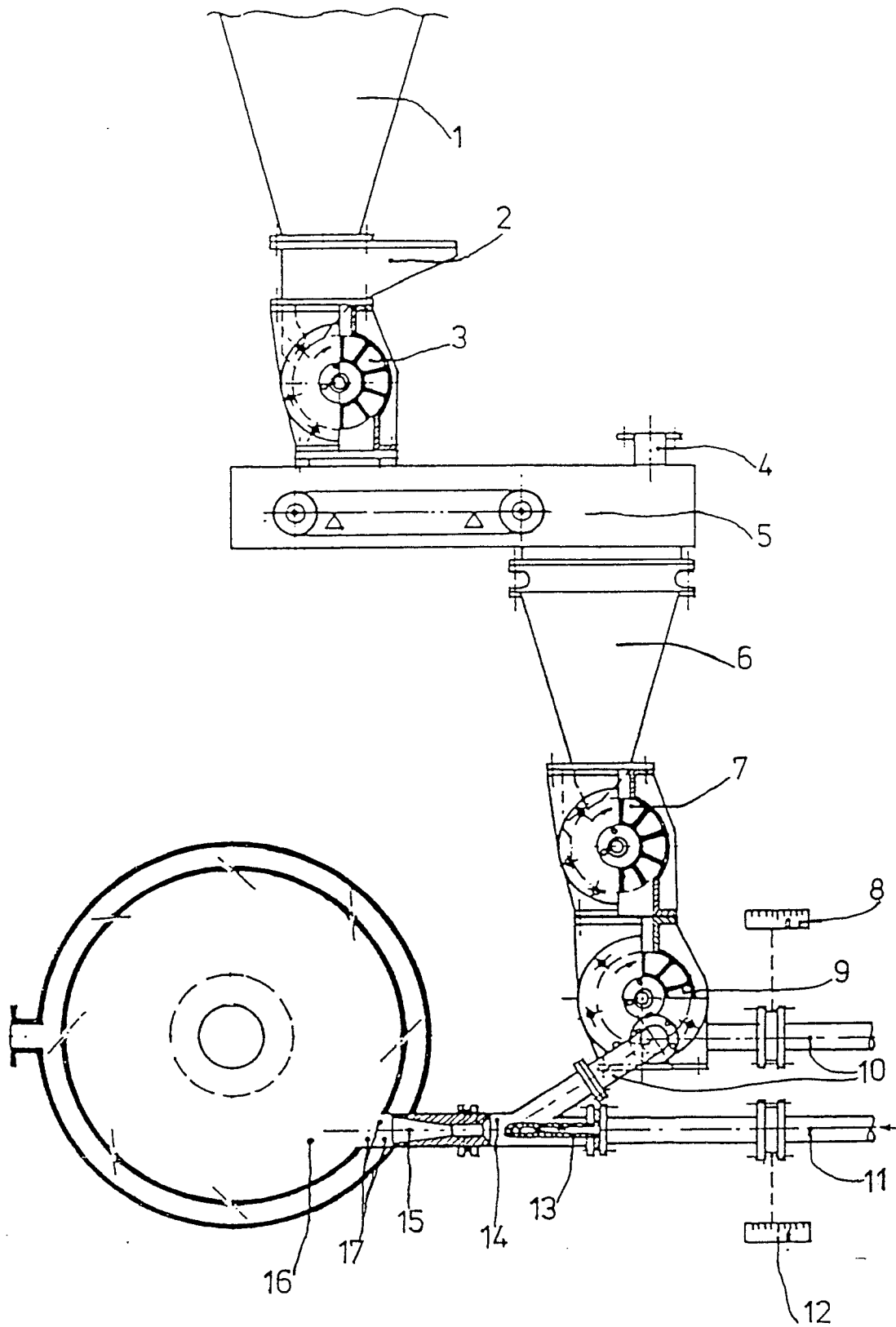


FIG.1