

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 300 402 B1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **04.03.92**

(51) Int. Cl.⁵: **B02C 19/06**, B02C 19/00

(21) Anmeldenummer: **88111494.6**

(22) Anmeldetag: **15.07.88**

(54) **Verfahren zur Erzeugung extrem kleiner Partikel und Anwendung des Verfahrens.**

(30) Priorität: **22.07.87 DE 3724297**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
25.01.89 Patentblatt 89/04

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
04.03.92 Patentblatt 92/10

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(56) Entgegenhaltungen:
DD-A- 248 296
DE-A- 2 164 856
US-A- 4 261 521
US-A- 4 619 406

(73) Patentinhaber: **Nied, Roland, Dr.-Ing.**
Raiffeisenstrasse 10
W-8901 Bonstetten(DE)

(72) Erfinder: **Nied, Roland, Dr.-Ing.**
Raiffeisenstrasse 10
W-8901 Bonstetten(DE)

(74) Vertreter: **Walter, Helmut, Dipl.-Ing.**
Aubinger Strasse 81
W-8000 München 60(DE)

EP 0 300 402 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren gemäß dem Gattungsbegriff des Anspruchs 1, d.h. also auf ein Verfahren zum Erzielen extrem kleiner Partikel bis zu unter 1 μm durch Prallzerkleinerung unter Anwendung einer Flüssigkeit, in der die zu zerkleinernden Feststoffpartikel suspendiert sind, um zum Aufprallen auf einer Fläche gebracht zu werden und unter Anwendung von Maßnahmen zur Erhöhung der Aufprallenergie, dadurch gekennzeichnet, daß aus der Suspension tropfenförmige Suspensionsteilmengen entnommen werden, die ihrerseits zum Aufprallen gebracht werden.

Bei einem solchen Prallzerkleinerungsverfahren werden Feststoffpartikel, die in eine Mehrzahl entsprechend kleinere Partikel zerlegt werden sollen, mit großer Energie zum Aufprallen auf eine im wesentlichen feste bzw. starre Platte gebracht; im Aufprallen erfolgt die Zerlegung der relativ größeren Partikel in relativ kleinere Partikel, die gesammelt werden und, gegebenenfalls nach entsprechender Aufbereitung, zur Weiterverwendung zur Verfügung stehen. Beim Austritt der Partikel aus der Öffnung eines Partikelspeichers wird Umgebungsluft mitgerissen, so daß ein mit Partikeln stark durchsetzter Gasstrahl entsteht oder im Luft-Feststoffpartikelstrahl mit hohem Anteil an Feststoffpartikeln und einem von den Betriebsbedingungen abhängigen, in jedem Fall aber geringen Anteil an Luft, darunter vor allem mitgerissener Umgebungsluft. An die Stelle dieser Verfahrensversion kann auch eine Verfahrensversion treten, bei der mindestens zwei mit Feststoffpartikeln durchsetzte Gasstrahlen gegeneinander gerichtet werden, so daß beim Auftreffen der beiden Gas-Feststoffpartikel-Strahlen Feststoffpartikel beider Strahlen aufeinandertreffen und dabei zerlegt werden.

Es ist nun zu erwarten, daß dieses Prallzerkleinerungsverfahren in beiden Versionen nur dann für die Zerkleinerung von Partikeln mit Erfolg angewendet werden kann, wenn die Masse der zu zerlegenden Partikel einen bestimmten Grenzwert nicht unterschreitet. Angesichts der Realitäten bei der Prallzerkleinerung kann der Grenzwert; unterhalb dem infolge zu kleiner Masse der zu zerkleinernde Partikel die Anwendung des Verfahrens nicht mehr mit Erfolg möglich ist, mit der Partikelgröße definiert werden und diese wieder durch die Größe des Durchmessers mit etwa 1-5 μm , je nach dem zu zerkleinernden Stoff bzw. dessen spezifischem Gewicht. Dieses Prallzerkleinerungsverfahren wird mit anderen Worten nur dann mit Erfolg anwendbar sein, wenn die zu zerkleinernden Partikel einen Durchmesser von über etwa 1-5 μm haben und eine Zerlegung der Partikel unter diesen Bereich nicht erwartet wird.

Haben die zu zerkleinernden Partikel einen Durchmesser von etwa 1-5 μm oder weniger, so wird die Gefahr gesehen, daß die in einem gegen die Prallfläche gerichteten Gasstrom mitgeführten Partikel nicht oder zumindest nicht mit ausreichender Energie auf die Prallfläche bzw. die Partikel des Gegenstromes treffen. Der Gasstrom hat zunächst eine zur Prallfläche senkrechte Strömungsrichtung, ist also gegen die Prallfläche gerichtet, um an der Prallfläche bzw. unmittelbar vor dieser in eine zur Prallfläche parallele Richtung umgelenkt zu werden. Die Prallfläche ist bei der ersten Verfahrensversion die im wesentlichen starre Fläche, bei der zweiten Verfahrensversion ein Teil der Oberfläche eines Feststoffpartikels des Gegenstromes. Ist der Durchmesser der Partikel größer als etwa 1-5 μm und ihre Masse entsprechend groß, so behalten die Partikel die ursprüngliche Strömungsrichtung senkrecht zur Prallfläche bei, schlagen auf diese auf und werden in kleinere Partikel zerlegt. Ist die Masse der Partikel jedoch zu klein, liegt also im wesentlichen ihr Durchmesser unter etwa 1-5 μm , so werden die Partikel mit der Gasströmung umgelenkt, sie gelangen im äußersten Fall gar nicht, allenfalls aber mit geringer und für eine Zerkleinerung der Partikel zu kleiner Energie auf die Prallfläche. Dieser Vorgang wird so lange wiederholt, bis alle Partikel die gewünschte Feinheit aufweisen.

Soll nun ein Feststoff vollständig auf eine Korngröße kleiner als 1-5 μm zerkleinert werden, so muß sichergestellt werden, daß auch Teilchen, die nur wenig größer als das gewünschte Korn sind (z.B. 1,5 μm), noch auf die Prallplatte gelangen.

Entsprechendes gilt, wenn in der Ebene, in der sich bei der zweiten Verfahrensversion mindestens zwei gegeneinander gerichtete Gasstrahlen treffen, die zu zerkleinernden Partikel gegeneinander geschossen werden. Auch hier werden durch die Strahlumlenkung zu kleine Teilchen von der ursprünglich gegeneinander gerichteten Bewegungsrichtung in eine zueinander parallele Bewegungsrichtung umgelenkt. Dadurch treffen sie einander nicht mehr oder mit zu geringer Energie.

Ähnliche Probleme wie bei der gattungsgemäßen Prallzerkleinerung liegen zwar bei bekannten Prallzerkleinerungsanlagen vor, bei denen die aus einem Auslaß antretenden und zu zerkleinernden Partikel zunächst zentral auf eine rotierende Scheibe auftreffen, auf dieser Scheibe radial nach außen wandern und dabei eine Endgeschwindigkeit erreichen, mit der sie von der Scheibe abgeschleudert werden und auf eine feste Prallfläche auftreffen (DD-A1-248 296). Dabei handelt es sich aber um ein wesentlich anderes Prinzip der Prallzerkleinerung, was sich vor allem dadurch äußert, daß die zu zerkleinernden Partikel nicht in einem Luftstrahl mitgeführt werden, sondern daß der auf die dre-

hende Scheibe gerichtete Partikelauflaß und die Scheibe selbst in einem Gehäuse angeordnet sind, in dem ein Vakuum aufrechterhalten wird, um Luftreibungskräfte zu mindern bzw. zumindest merklich zu mindern, wenn wenigstens ein angemessenes "Grobvakuum" aufrechterhalten wird.

Andere Verhältnisse als bei der gattungsgemäßen Prallzerkleinerung liegen bei Verfahren vor, bei denen das Vorhandensein von Feststoffpartikeln in einem flüssigen Fluid, beispielsweise einem Schmierstoff oder Kraftstoff, vorausgesetzt wird, sei als ungewollte Verunreinigungen, sei es zur gewollten Qualitätsverbesserung, diese Feststoffpartikel aber in jedem Fall schädlich wären, wenn sie eine bestimmte Größe bzw. Masse überschreiten würden und dies dadurch vermieden wird, daß der von Feststoffpartikeln mehr oder weniger durchsetzte Flüssigkeitsstrom auf dem Weg von seiner Speicherung zu seinem Einsatz, aus einer Düse austretend, auf einer Prallfläche zum Aufprallen gebracht wird, um gegebenenfalls die Feststoffpartikel zu zerkleinern (US-A-4,619,406). Während beim gattungsgemäßen Verfahren der Gasanteil notwendiges Additiv ist, um zu zerkleinernde Feststoffpartikel zu fördern bzw. sich unvermeidbar zum Partikelstrom zumischt, liegt bei diesem Stand der Technik als eigentlicher, zu fördernder Strom eine Flüssigkeit vor, deren Qualität nicht durch zu große Feststoffbestandteile zu sehr beeinträchtigt sein soll. Als Mittel zur Zerkleinerung der zu großen Feststoffbestandteile werden lediglich hoher Druck und hohe Geschwindigkeit genannt, mit denen der Fluidstrom zum Auftreffen auf die Prallfläche gebracht wird. Einer anderen Kategorie gehören auch ein System und eine entsprechende Vorrichtung zu, bei denen zwei Fluidstrahlen gegeneinander gerichtet sind, um den molekularen Zusammenhang innerhalb der Fluidstrahlen zu verändern, auch wenn es dabei nicht nur um den molekularen Zusammenhang innerhalb des eigentlichen Fluids selbst geht, sondern um die Verringerung der Größe molekularer Agglomerate von Feststoffen in Flüssigkeiten (US-A-4,261,521). Mit dem zuletzt besprochenen bekannten System besteht insofern Übereinstimmung, als den Feststoffen nicht zum Zwecke ihres Transports zur Zerkleinerung ein Fluid vorübergehend zugeordnet wird, sondern in einem beispielsweise nach der Art eines Kraftstoffes zum Einsatz kommenden Fluids Feststoffpartikel zugeordnet sind, die eine vorbestimmte Größe nicht überschreiten sollen.

Um die Zerkleinerung von Feststoffpartikeln im Sinne der vorliegenden Erfindung geht es demgegenüber bei einem bekannten Verfahren und einer zugehörigen Vorrichtung, bei denen die zu zerkleinernden Feststoffpartikel in Dampf als bevorzugten elastischen Strömungsmittel suspendiert werden (DE-A-2 164 856). Dabei ist aber primär die Zer-

kleinerung von Feststoffpartikeln in der Weise vorgesehen, daß durch die Formgebung eines Strömungskanals Druck und Geschwindigkeit der Strömung derart aufeinanderfolgend verändert werden, daß ein schneller Wechsel zwischen Über- und Unterschallgeschwindigkeit stattfindet und dadurch eine stehende Stoßwelle erzeugt wird, durch die die Partikel geleitet werden und dabei Schwerkrafteinwirkungen ausgesetzt sind, die die Partikel zerkleinern. Eine Prallzerkleinerung im Sinne der Gattung, der die vorliegende Erfindung zugehört, ist also nicht vorgesehen.

Aufgabe der Erfindung ist es, dem oben erörterten Mangel einer gattungsgemäßen Prallzerkleinerung abzuweichen und ein solches Prallzerkleinerungsverfahren so auszubilden bzw. weiter zu entwickeln, daß auch die Zerkleinerung bzw. Zerlegung der Partikel dann zuverlässig erwartet werden kann, wenn die zu zerkleinernden Partikel eine so geringe Masse haben, daß dies durch einen Partikeldurchmesser von etwa 1-5 µm oder darunter gekennzeichnet ist.

Der Lösung der Aufgabe dienen die Merkmale der Patentansprüche.

Mit der Definition der Erfindung in den Ansprüchen, insbesondere im Anspruch 1, geht hervor, daß bei der Erfindung die zu zerkleinernden Feststoffpartikel nicht einfach in einem flüssigen oder einem gasförmigen Fluid suspendiert werden und ein dadurch entstehendes Suspension auf einer Fläche zum Aufprallen gebracht wird, sondern daß die Feststoffpartikel zunächst in einer Flüssigkeit suspendiert werden, aus dieser Suspension Tröpfchen gebildet werden, wobei jedes Tröpfchen demzufolge aus einer Flüssigkeit und allenfalls einigen wenigen Feststoffpartikeln besteht und jedes derartige Tröpfchen von den jeweils anderen entsprechenden Tröpfchen separiert ist - sonst bestünden ja keine "Tröpfchen", sondern ein Flüssigkeitsstrom. Als Ergebnis der Erfindung wird also eine Fluidströmung gebildet, die einen Trägergasstrom aufweist, in dem Tröpfchen suspendiert sind, von denen jedes seinerseits aus einer Flüssigkeit in Tröpfchenform und einem allenfalls einigen wenigen darin eingeschlossenen Feststoffpartikeln besteht. Verfahrenstechnisch gesprochen liegen also drei Phasen vor, nämlich ein Gas, eine Flüssigkeit und Feststoffpartikel.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand der Zeichnung erläutert, und zwar anhand der Figuren 1 und 2 für jede der beiden Versionen der Prallzerkleinerung.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist bei der ersten Verfahrensversion in üblicher Weise eine im wesentlichen starre und feste, vorzugsweise ebene Prallplatte 1 vorgesehen (Fig. 1). In einem vorgegebenen Abstand ist vor der Prallplatte 1 ein Suspensionsbehälter 2 angeordnet, in dem in

Wasser oder eine andere geeignete Flüssigkeit die zu zerkleinernden Feststoffpartikel eingebracht werden und durch Wahl der Einbringungstechnik dafür gesorgt wird, daß Flüssigkeit und Feststoffe eine homogene Suspension bilden. Die Feststoffpartikel haben zumindest teilweise eine Partikelgröße von etwa 1-5 μm oder weniger, wobei es gleichgültig ist, ob Partikel über dieser Größe vorhanden sind oder nicht, da sich die Erfindung nur mit den Feststoffpartikeln befaßt, deren Größe im Bereich etwa 1-5 μm oder darunter liegt. Die Suspension kann dem Gehäuse am unteren, konisch zulaufenden Ende entnommen werden. Die Suspension wird in einem vorgegebenen Abstand vor der Prallplatte 1 mittels einer Zerstäubungsdüse 3 zerstäubt. Nach dem Gesetz der Wahrscheinlichkeit wird ein Zerstäubungsteil ein Flüssigkeitstropfen sein, in dem mehrere, je für sich extrem kleine Feststoffpartikel inkorporiert sind. Jeder Tropfen wird eine Masse haben, die ihm in Verbindung mit der Beschleunigung, die ihm während des Zerstäubungsvorganges vermittelt wird, mit einer Energie auf der Vorderseite der Prallplatte 1 auftreffen läßt, daß jeder Feststoffpartikel trotz seiner geringen Masse in mehrere noch kleinere Partikel zerlegt wird. Aufgespritzte Flüssigkeit und zerkleinerte Partikel werden dann in geeigneter Weise voneinander getrennt, worauf die Flüssigkeit der Wiederverwendung, die auf Größen deutlich unter 1-5 μm zerkleinerten Partikel ihrem Bestimmungszweck zugeführt werden.

Die zweite Version des Prallzerkleinerungsverfahrens (Fig. 2) sieht in der erfindungsgemäßen Ausbildung mindestens zwei gegeneinander gerichtete Gasdüsen 4,5 vor, aus denen schnelle Gasstrahlen 6,7 in einen mit einer Suspension 8 aus Flüssigkeit und zu zerkleinernden Feststoffpartikeln gefüllten Behälter 9 eingeleitet werden. Die schnellen Gasstrahlen nehmen dabei aus der sie umgebenden Suspension Tröpfchen auf, in denen wiederum nach dem Gesetz der Wahrscheinlichkeit mehrere Feststoffpartikel enthalten sind. Die Zerkleinerung vollzieht sich dabei in der Ebene des Brennpunktes der gegeneinander gerichteten Gasstrahlen durch gegenseitiges Zusammenprallen der Suspensionstropfen bzw. der darin befindlichen Feststoffteilchen.

Gegebenenfalls werden bei jeder Verfahrensversion die beschriebenen Vorgänge mehrfach wiederholt, insbesondere wenn die Suspension am Beginn einen hohen Anteil großer Feststoffpartikel hat, die alle in Größen unter etwa 1-5 μm zerlegt werden sollen.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Erzielen extrem kleiner Partikel bis zu unter 1 μm durch Prallzerkleinerung,

unter Anwendung einer Flüssigkeit, in der die zu zerkleinernden Feststoffpartikel suspendiert sind, um zum Aufprallen auf einer Fläche gebracht zu werden und unter Anwendung von Maßnahmen zur Erhöhung der Aufprallenergie, **dadurch gekennzeichnet**, daß aus der Suspension tropfenförmige Suspensionsteilmengen entnommen werden, die ihrerseits zum Aufprallen gebracht werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Zusammensetzung jedes Tropfens aus einer bestimmten Flüssigkeitsmenge angestrebt wird, die ein einziges Feststoffpartikel umschließt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine bestimmte Suspensions-teilmenge der Suspension entnommen wird, wobei es bei der Tropfenbildung den Entnahmebedingungen überlassen bleibt, wieviele Feststoffpartikel der Flüssigkeitsmenge eines Tropfens zugeordnet werden.
4. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1-3 **dadurch gekennzeichnet**, daß die Prallzerkleinerung mittels einer weitgehend starren Platte durchgeführt wird.
5. Verfahren nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 3 **dadurch gekennzeichnet**, daß die Prallzerkleinerung mittels mindestens zweier gegeneinander beschleunigter Suspensions-teilmengen, durchgeführt wird.

Claims

1. A method of obtaining extremely small particles up to less than 1 μm in size, by collision comminution, using a liquid in which the solid particles for comminution are suspended for collision on a surface, and with action to increase the collision energy, characterised in that partial quantities in the form of drops are removed from the suspension and are in turn made to collide.
2. A method according to claim 1, characterised in that the desired composition of each drop from a specific quantity of liquid is one which encloses a single solid particle.
3. A method according to claim 1, characterised in that a specific partial quantity is removed from the suspension, the removal conditions being such as to give a free choice as to how many solid particles are associated, during the drop formation, to the quantity of liquid making

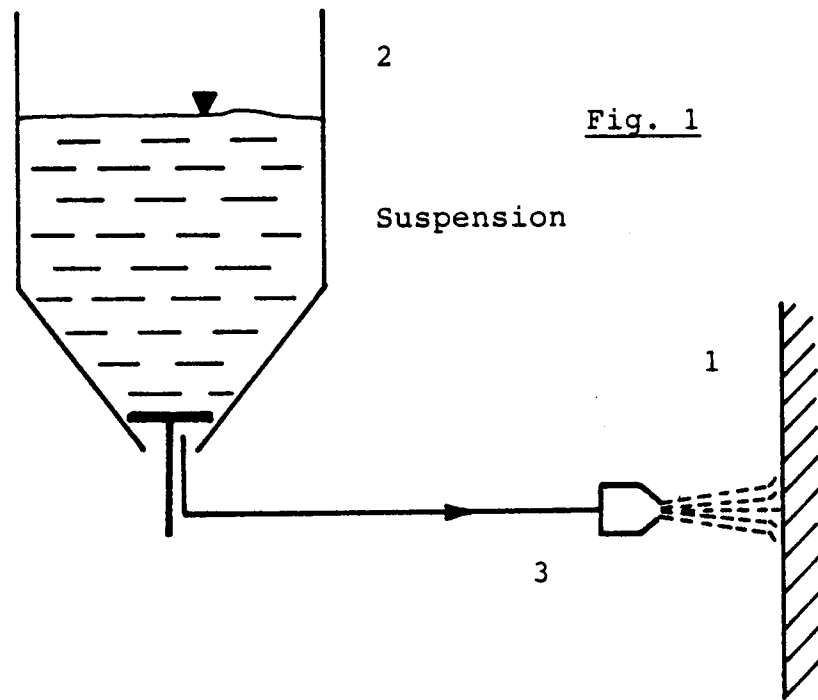
up a drop.

4. A method according to at least one of claims 1 to 3, characterised in that the collision comminution is effected by means of a substantially rigid plate. 5
5. A method according to at least one of claims 1 to 3, characterised in that the collision comminution is effected by means of at least two partial quantities of suspension which are accelerated towards one another. 10

Revendications

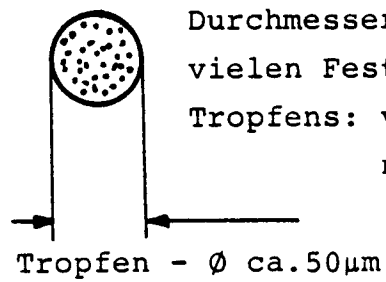
1. Procédé pour l'obtention d'extrêmement fines particules jusqu'à moins de 1 μm par fragmentation par chocs, avec utilisation d'un fluide dans lequel sont en suspension les particules solides à fragmenter, afin de les amener à l'impact sur une surface, et avec application de dispositions pour accroître l'énergie d'impact, caractérisé en ce que hors de la suspension sont prélevées des quantités partielles de suspension en forme de gouttes qui, pour leur part, sont envoyées à l'impact. 15 20 25
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'est recherchée une composition de chaque goutte, à partir d'une quantité déterminée de fluide, qui renferme une seule particule solide. 30
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que de la suspension est prélevée une quantité partielle déterminée de suspension, dans la formation des gouttes, la détermination du nombre de particules solides qui sont attribuées à la quantité de liquide d'une goutte étant laissée aux conditions de prélèvement. 35 40
4. Procédé selon au moins l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la fragmentation par chocs est effectuée au moyen d'une plaque dans une large mesure rigide. 45
5. Procédé selon au moins l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la fragmentation par chocs est effectuée au moyen d'au moins deux quantités partielles de suspension accélérées l'une contre l'autre. 50

55



Einzelpartikel (Tropfen)

aus der Suspension:



Durchmesser eines einzelnen der
vielen Feststoffpartikel des
Tropfens: vor Aufprall ca. 1-5µm,
nach Aufprall < 1µm

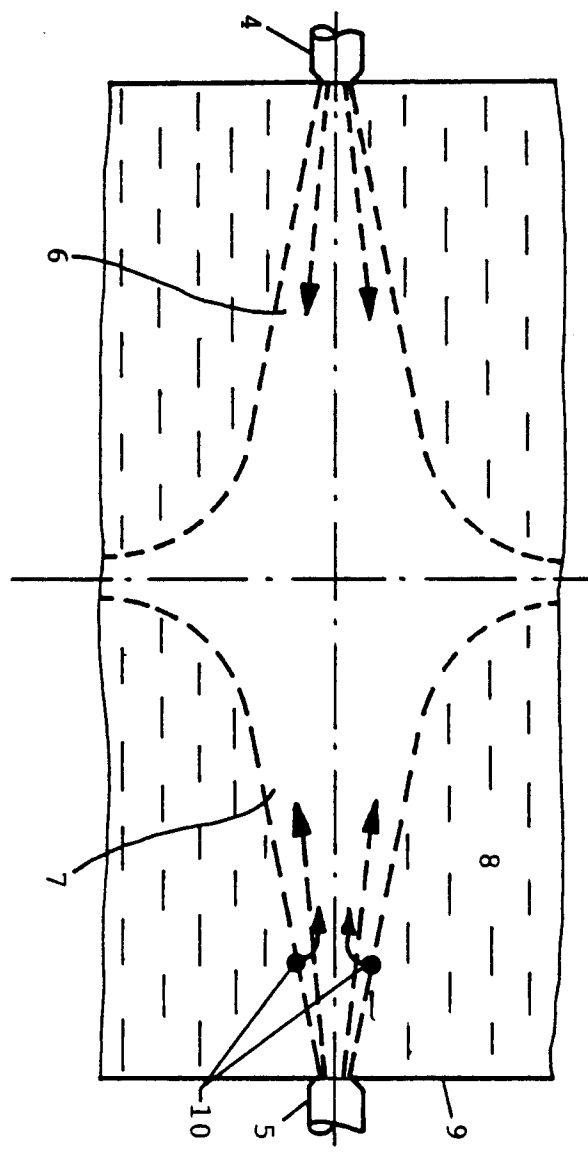


Fig. 2