

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 362 525 B1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **23.03.94**

(51) Int. Cl.⁵: **B02C 19/06**

(21) Anmeldenummer: **89115154.0**

(22) Anmeldetag: **17.08.89**

(54) **Verfahren und Vorrichtung zum Kaltmahlen.**

(30) Priorität: **05.10.88 DE 3833830**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.04.90 Patentblatt 90/15

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
23.03.94 Patentblatt 94/12

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

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 135 244
EP-A- 0 139 279
WO-A-86/05717
US-A- 3 897 010

SOVIET INVENTIONS ILLUSTRATED, Woche
8431, 12. September 1984, Sektion J/M,

(73) Patentinhaber: **MESSER GRIESHEIM GMBH**
Hanauer Landstrasse 330
D-60314 Frankfurt(DE)

(72) Erfinder: **Bochmann, Klaus**
Brühlstrasse 8
D-6200 Wiesbaden(DE)
Erfinder: **Risto, Hans Joachim**
Maxstrasse 67
D-6700 Ludwigshafen(DE)
Erfinder: **Volker, Wolfgang**
Pastorsbusch 35
D-4154 Tönisvorst 1(DE)
Erfinder: **Gursky, Helmut**
Strubbergstrasse 6
D-6000 Frankfurt 90(DE)
Erfinder: **Steidl, Dieter**
Ulmenstrasse 8
D-6298 Hofheim(DE)

EP 0 362 525 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 betrifft eine Fließbett-Gegenstrahlmühle nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

Strahlmühlen sind seit langem bekannte Zerkleinerungsmaschinen, in denen die zu zerkleinernden
 5 Teilchen durch Gasströme beschleunigt und durch Zusammenprall zerkleinert werden. Es gibt eine Anzahl unterschiedlicher Strahlmühlenkonstruktionen. Sie unterscheiden sich durch die Art der Gasführung, durch die Art des Aufprallens der Teilchen gegeneinander oder auf eine Prallfläche und dadurch, ob die zu zerkleinernden Teilchen im Gasstrahl mitgeführt werden oder ob der Gasstrahl auf die Teilchen auftrifft und sie mitreißt. Als Mahlgas wird gewöhnlich Luft oder Heißdampf verwendet.

10 Bei der Fließbett-Gegenstrahlmühle, wie sie beispielsweise aus der EP-A-0139279 bekannt ist, treffen freixpandierende Gasstrahlen in einer Mahlkammer aufeinander, in welcher sich das Mahlgut in Form eines Fließbettes befindet. Die Vermahlung erfolgt hierbei praktisch ausschließlich durch Aufeinanderprall der Mahlgutteilchen gegeneinander, die Vermahlung ist somit nahezu verschleißfrei. Der Fließbett-Gegenstrahlmühle ist ein Sieb zugeordnet, in welchem das gewonnene Feingut vom noch nicht genügend zerkleinerten Grobgut abgetrennt wird. Das Grobgut wird in die Mahlkammer zurückgeführt.

Viele Stoffe, beispielsweise Kunststoffe, lassen sich wegen ihrer Zähigkeit nur schlecht oder überhaupt nicht auf feine Korngrößen vermahlen. Durch Kältezufuhr und die dadurch bewirkte Versprödung der Werkstoffe lassen sich die Mahleigenschaften derartig zäher Werkstoffe verbessern. Bei Strahlmühlen kühlt man deshalb den Treibgasstrom ab, wie es beispielsweise in der DE-A-21 33 019 beschrieben ist. Die
 20 Abkühlung des Treibgasstromes ermöglicht es, Materialien zu mahlen, die unter normalen Bedingungen in Strahlmühlen nicht mahlbar wären. Trotz intensiver Abkühlung, beispielsweise mit flüssigem Stickstoff, und trotz der Eigenabkühlung des Treibgasstromes infolge seiner Expansion, läßt die erreichbare Verbesserung der Mahlbarkeit jedoch sehr zu wünschen übrig. Zwar lassen sich feine Korngrößen erreichen, jedoch nur mit einem überaus hohen Zeit- und Energieaufwand.

25 Aus SOVIET-INVENTIONS-Illustrated 84-194530/31, week 8431, 12. SEP. 1984 & SU-A-1 060 199 ist eine mit einer Prallfläche arbeitende Strahlmühle bekannt, bei der zur Verringerung der Oxidation des Mahlgutes und des umlaufenden Grobgutes und zur Erhöhung der allgemeinen Leistungsfähigkeit der Mühle das auf die Prallfläche gestrahlte Mahlgut mit einem kryogenen Kältemittel gekühlt wird. Abgesehen vom Verschleiß der Prallfläche und der daraus resultierenden Möglichkeit der Verunreinigung des Produk-
 30 tes wird nur die Steigerung der allgemeinen Leistungsfähigkeit beschrieben, über eine Verbesserung der Kornfeinheit wird nichts gesagt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Fließbett-Gegenstrahlmühle für das Kaltmahlen zu schaffen, welche einen geringen Bedarf an Energie und Kältemittel erfordert und gleichzeitig die Feinstzer-
 35 mahlung von Produkten auf bisher praktisch nicht erreichbare feinste Korngrößen bei wesentlicher Durchsatzsteigerung ermöglicht.

Ausgehend von dem im Oberbegriff des Anspruchs 1 berücksichtigten Stand der Technik ist diese Aufgabe erfindungsgemäß gelöst mit den im kennzeichnenden Teil des Anspruchs 1 angegebenen Merkmalen. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen angegeben.

Die Erfindung beruht daher auf der Überlegung, nicht den Treibgasstrom, sondern das umlaufende
 40 Grobgut mit einem kryogenen Kältemittel zu kühlen. Die erfindungsgemäße Maßnahme bewirkt eine sprunghafte Verbesserung der Mahlergebnisse, wie aus den weiter hinten aufgestellten Betriebsergebnissen ersichtlich ist.

Es ist überraschend, daß sich dies allein durch die erfindungsgemäße Maßnahme, nicht den Treibgas-
 45 strom, sondern das umlaufende Grobgut zu kühlen, erreichen läßt. Die Erfinder folgerten dies aus Betriebsversuchen mit einer Fließbett-Gegenstrahlmühle, bei der sich trotz intensiver Abkühlung des Treibgasstromes mit flüssigem Stickstoff für das umlaufende Grobgut im Sumpf der Mühle nur eine geringe Abkühlung ergab. Die Erfinder schlossen hieraus, daß die Kühlung am Grobgut selbst erfolgen müsse, um die Mahlleistung zu verbessern.

Spätere theoretische Überlegungen bestätigten die Richtigkeit dieser Folgerung.

50 Wesentlich hierbei ist, daß dann, wenn mit einem gekühlten Treibgasstrom gemahlen wird, die in Wärme umgewandelte Stoßenergie eines Teilchens nur unvollkommen auf den kalten Gasstrom übergeht. Dies hat mehrere Ursachen. So ist die Zeit für den Wärmeübergang vom Teilchen auf das Gas extrem kurz. Da die Wärmekapazität mit sinkender Temperatur kleiner wird, ist die Temperaturerhöhung durch einen Stoß bei tiefen Temperaturen größer als bei höheren Temperaturen. Die Relativbewegung zwischen
 55 Teilchen und kaltem Treibgas ist gering, so daß die Werte für den Wärmeübergang ebenfalls abfallen. Hinzu kommt, daß die Wärmeleitfähigkeit vieler Mahlgüter an sich schon niedrig ist und mit sinkender Temperatur noch schlechter wird. Ferner ist die Beschleunigungsenergie von kaltem Gas schlechter als von warmem Gas. Je feiner die angestrebten Korngrößen werden, um so schlechter werden daher die

Mahlbedingungen beim Mahlen mit einem gekühlten Treibgasstrom. Dies trifft besonders auf Thermoplaste zu, die einen sehr niedrigen Kristallisationsbereich haben. Deren Mahlung wird völlig unwirtschaftlich.

Durch die Erfindung läßt sich auf Fließbett-Gegenstrahlmühlen eine beträchtliche Durchsatzsteigerung erreichen. Es lassen sich Teilchen höchster Feinheit mit entsprechender Oberflächenvergrößerung und glatter Oberflächenstruktur herstellen. Das Endprodukt wird gut rieselfähig und besitzt ein hohes Schütt- und Rüttgewicht. Insbesondere Werkstoffe, die zäh, gummielastisch, klebrig oder schmierig sind, lassen sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hervorragend mahlen. Hierbei handelt es sich vor allem um Naturstoffe, viele Pharmaprodukte, Thermoplaste, Wachse und hochmolekulare Kunststoffe. Als Kältemittel kommen in erster Linie verflüssigte Gase, insbesondere Stickstoff, infrage, aber auch Kohlendioxid. Diese können im einfachsten und in vielen Fällen zweckmäßigsten Fall direkt in den Sumpf der Mühle eingespeist werden. Selbstverständlich ist auch eine indirekte Kühlung des Grobgutes möglich. Eine indirekte Kühlung kann auch durch andere Kältemittel, beispielsweise Solebäder, erfolgen.

Einige Ausführungsbeispiele der Erfindung sollen anhand der beigefügten Zeichnungen erläutert werden.

Es zeigen:

- Fig.1 eine Fließbett-Gegenstrahlmühle in schematischer Form,
- Fig.2 die Kühlung des Sumpfes der Fließbett-Gegenstrahlmühle von Fig.1,
- Fig.3 eine Mischform aus direkter und indirekter Kühlung des Sumpfes,
- Fig.4 eine Ausführungsform ähnlich Fig.3, jedoch mit ausschließlich direkter Kühlung.

In der nachfolgenden Beschreibung sind für gleiche Teile in allen Figuren die gleichen Bezugszeichen verwendet worden.

Fig.1 zeigt eine Fließbett-Gegenstrahlmühle in schematischer Form. Die Mühle besteht aus einem Gehäuse 1, welches die Mahlkammer 2 und den Sumpf 3 umfaßt. Das Treibgas tritt durch die Düsen 4 in die Mahlkammer 2 ein. An das Gehäuse 1 schließt sich der Siebtrichter 5 an. Das zu mahlende Grobgut befindet sich in Form eines Fließbettes 6 in der Mahlkammer. Das Mahlgut wird durch die Schleuse 7 zudosiert. Das im Siebtrichter 5 abgetrennte Feingut 10 wird durch den Feingutaustritt 8 abgezogen, wie durch den Pfeil 9 angegeben, und der Filteranlage 15 zugeführt. Diese besitzt einen Stutzen 16 für das Abgas und eine Entnahmeschleuse 17 für das gewonnene Feingut 10. Das Grobgut 11 strömt vom Siebtrichter 5 zurück in die Mahlkammer 2. Das Treibgas, mit dem die Düsen 4 beaufschlagt werden, wird durch die Zufuhrleitung 14 herbeigeführt.

Erfindungsgemäß wird das sich im Sumpf 3 der Mühle befindende Grobgut durch flüssigen Stickstoff abgekühlt. Dieser wird durch die Leitung 12 und den porösen Eintragskörper 13 eingeleitet. Poröse Eintragskörper eignen sich besonders für kleine Mühlen. Für Mühlen mit größeren Durchmessern sind andere Eintragsysteme, beispielsweise Düsenplatten, vorzuziehen, um den Stickstoff möglichst feinzerteilt einzutragen zu können. Die Stickstoffzufuhr durch die Leitung 12 und den porösen Eintragskörper 13 erfolgt in Abhängigkeit von der Temperaturregelung 18. Die Mahlgutaufgabe durch die Schleuse 7 kann auch direkt in den Sumpf 3 erfolgen. Die Feinfraktion des Feingutes 10 wird durch die Drehzahl des Siebtrichters 5 bestimmt. Das vom Siebtrichter 5 zurückstromende Grobgut 11 bildet zusammen mit dem aus der Schleuse 7 eintretenden Mahlgut das Fließbett 6. Der durch den porösen Eintragskörper 13 eintretende flüssige Stickstoff verdampft und kühlt den Sumpf der Mühle, d.h. das vom Siebtrichter 5 zurückstromende Grobgut 11 und gegebenenfalls frische aufgegebenes Mahlgut. Der verdampfte kalte Stickstoff zieht nach oben durch das Gut ab und tritt in die Mahlzone ein. Kaltgas, Grobgut und Mahlgut bilden unterhalb der Mahlkammer 2 im Sumpf 3 eine erste Fließbettzone.

Fig.2 zeigt in schematischer Form den unteren Teil der Fließbett-Gegenstrahlmühle von Fig.1, jedoch mit der Schleuse 7 für das Mahlgut direkt am Sumpf 3 angeordnet. Die Pfeile 19 verdeutlichen das nach oben zum Siebtrichter hin abziehende Gemisch aus Kaltgas, Treibgas, Grobgut und Feingut.

Fig.3 zeigt eine Variante mit indirektem und direktem Wärmeaustausch zwischen zugeführtem Stickstoff und Mahlgut. Die Zufuhr des flüssigen Stickstoffes erfolgt durch die Leitungen 20 und 21. Der durch die Leitung 21 eintretende flüssige Stickstoff gelangt in ein an den Stirnflächen geschlossenes doppelwandiges Rohr 22. Dieses doppelwandige Rohr 22 besitzt nach innen gerichtet Austrittsöffnungen 23. Der gesamte untere Teil des Mühlengehäuses ist ebenfalls als doppelwandige Kammer 24 ausgebildet. In sie mündet die Leitung 20. Die Kammer 24 besitzt im Sumpf 3 angeordnete Austrittsöffnungen 25 für den durch die Leitung 20 zugeführten Stickstoff. Das vom Siebtrichter zurückströmende Grobgut 11 wird daher zunächst in dem Bereich zwischen dem doppelwandigen Rohr 22 und der Kammer 24 indirekt gekühlt. Anschließend erfolgt eine direkte Kühlung durch den aus den Austrittsöffnungen 23 und 25 austretenden Stickstoff. Je nach Betriebsweise kann dieser noch flüssig oder bereits gasförmig sein.

Fig.4 zeigt eine Ausführungsform ähnlich Fig.2, jedoch mit einem verlängerten Sumpf 3. Durch eine rohrförmige Schürze 26 wird hierbei dem Grobgut 11 und dem Kaltgas eine bestimmte Strömungsform

aufgeprägt. Die Schürze 26 trennt die Mahlkammer in einen zentralen Schacht 37, wo der Mahlvorgang stattfindet, und in einen ringförmigen Schacht 38 für das zurückströmende Grobgut. Die Zufuhr des flüssigen Stickstoffes erfolgt an zwei Stellen, nämlich durch die Leitung 12a direkt in den Sumpf 3 und durch die Leitung 12b in ein Einsprühsystem 39 im ringförmigen Schacht 38. Der durch die Leitung 12b eingeleitete Stickstoff kühlt demnach unmittelbar das vom Sieb zurückströmende Grobgut.

Die Erfindung ist nicht auf die vorstehend beschriebenen Ausführungsformen beschränkt, da zahlreiche weitere Möglichkeiten für die Abkühlung des vom Sieb zurückströmenden Grobgutes durch ein Kältemittel bestehen. Es können auch mehrere Mahlzonen mit Sumpf in Form einer Kaskade hintereinander geschaltet werden. Hierbei wird das aus der Mahlzone austretende Gemisch aus Feingut und Grobgut in einem Filter vom Abgas abgetrennt und der nächsten Mahlzone zugeführt. Der unter jeder Mahlzone befindliche Sumpf wird hierbei gemäß der Erfindung gekühlt. Erst der letzten Stufe wird ein Sieb zugeordnet.

Nachstehende Betriebsergebnisse zeigen den Fortschritt des erfindungsgemäßen Verfahrens gegenüber der herkömmlichen Betriebsweise.

Produktbezeichnung	Korngrößen						Produktdurchsatz Kg/h	Gasdurchsatz	
	Aufgabegut			Endprodukt				Luft m³/h	N₂ m³/h
	d₁₀ µm	d₅₀ µm	d₉₀ µm	d₁₀ µm	d₅₀ µm	d₉₀ µm			
Hostalen® GUR 200	30,3	82,2	127,3	17,5	32,1	85,3	2,0	850	ohne
Hostalen® GUR 200	30,3	82,2	127,3	14,3	23,6	38,6	13,0	850	200
Polyamid	70	130	200				keine Mahlwirkung	850	ohne
Polamid	70	130	200	10,2	26,5	41,6		3	850

Hostalen® GUR 200 ist ein hochmolekulares Polyethylen der Hoechst AG, Frankfurt. Wie die Betriebsergebnisse zeigen, konnten beide untersuchten Materialien unter wirtschaftlichen Bedingungen nicht auf solche Feinheiten gemahlen werden, wie sie mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erreichbar sind.

Die Korngrößenanalyse wurde mit einem handelsüblichen Lasergranulometer (Cilas) ermittelt. Aus der ausgedruckten Kurve wurden die d₁₀-, d₅₀- und d₉₀-Werte als repräsentative Werte ausgewählt. Zum Beispiel bedeutet der d₁₀-Wert von 10,2 μm in Zeile 4 der Tabelle, daß 10% des Endproduktes Körner mit einer Größe unter 10,2 μm sind.

Besonders überraschend ist die Steigerung des Produktdurchsatzes bei Hostalen®GUR 200 von 2,0 auf 13,0 kg/h bei gleichzeitig wesentlich engerem Kornband. Durch die damit verbundene signifikante Vergrößerung der spezifischen Oberfläche eröffnen sich neue Anwendungsmöglichkeiten.

Patentansprüche

- Fließbett-Gegenstrahlmühle mit einer Mahlgutaufabeeinrichtung, einem Sieb (5) zur Trennung von Grobgut (11) mit Feingut (10) und einer von Gasstrahlen beaufschlagbaren zylindrischen Mahlkammer (2) mit einem Sumpf (3) in ihrem unteren Bereich für zudosiertes Mahlgut und vom Sieb zurückströmendes Grobgut, gekennzeichnet durch in der Mahlkammer angeordnete Mittel zur Zufuhr eines kryogenen Kältemittels für die Kühlung von aufgegebenem Mahlgut und vom Sieb zurückströmendem Grobgut.
- Fließbett-Gegenstrahlmühle nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch ein im Sumpf angeordnetes doppelwandiges Rohr (22), welches an den Stirnflächen geschlossen ist, in axialer Richtung mit Abstand zu den Wänden der Mahlkammer verläuft, eine Leitung (21) zur Zufuhr von kryogenem Kältemittel besitzt und auf die Rohrachse gerichtete Austrittsöffnungen (23) für das Kältemittel aufweist.
- Fließbett-Gegenstrahlmühle nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die dem doppelwandigen Rohr zugeordneten Wände der Mahlkammer doppelwandig ausgebildet sind, mit kryogenem Kältemittel beaufschlagbar sind und in den Sumpf gerichtete Austrittsöffnungen

(25) für das Kältemittel besitzen.

4. Fließbett-Gegenstrahlmühle nach Anspruch 1,
gekennzeichnet durch eine konzentrische rohrförmige Schürze (26), welche die Mahlkammer in einen
zentralen Schacht (37) und einen ringförmigen Schacht (38) trennt.
5. Fließbett-Gegenstrahlmühle nach Anspruch 4,
gekennzeichnet durch eine Einsprühvorrichtung (39) für das kryogene Kältemittel im ringförmigen
Schacht.

Claims

1. Fluidized-bed counter-jet mill having a grist delivery device, a sifter (5) for the separation of coarse
material (11) with fine material (10) and a cylindrical grinding chamber (2), which can be acted upon by
gas jets, and having in its lower region a sump (3) for additionally metered grist and for coarse material
flowing back from the sifter, characterized by means, disposed in the grinding chamber, for the supply
of a cryogenic coolant for cooling delivered grist and coarse material flowing back from the sifter.
2. Fluidized-bed counter-jet mill according to Claim 1, characterized by a double-walled tube (22) which is
disposed in the sump and is closed at the end faces, runs in the axial direction at a distance from the
walls of the grinding chamber, possesses a conduit (21) for the supply of cryogenic coolant and
exhibits discharge openings (23), directed at the axis of the tube, for the coolant.
3. Fluidized-bed counter-jet mill according to Claim 2, characterized in that the walls of the grinding
chamber, which walls are assigned to the double-walled tube, are of double-walled configuration, can
be acted upon by cryogenic coolant and possess discharge openings (25), directed into the sump, for
the coolant.
4. Fluidized-bed counter-jet mill according to Claim 1, characterized by a concentric, tubular apron (26),
which divides the grinding chamber into a central shaft (37) and an annular shaft (38).
5. Fluidized-bed counter-jet mill according to Claim 4, characterized by a spray-in apparatus (39) for the
cryogenic coolant in the annular shaft.

Revendications

1. Broyeur à contre-jets à lit fluidisé avec une installation d'introduction de produit à broyer, un séparateur
(5) pour séparer le produit grossier (11) du produit fin (10) et une chambre de broyage (2) cylindrique,
alimentée par des jets de gaz, avec un fond (3) dans sa partie inférieure pour l'adjonction de produits à
broyer et pour le produit grossier renvoyé par le séparateur, broyeur caractérisé par des moyens
équipant la chambre de broyage pour fournir un agent frigorifique cryogène pour refroidir le produit à
broyer et le produit grossier renvoyé par le séparateur.
2. Broyeur à contre-jets à lit fluidisé selon la revendication 1, caractérisé par un tube (22) à double paroi
prévu dans le fond et dont les surfaces frontales sont fermées, ce tube étant dirigé dans la direction
axiale à une certaine distance des parois de la chambre de broyage et possèdent une conduite (21)
pour l'alimentation en agent frigorifique cryogène et des orifices de sortie (23) pour l'agent frigorifique,
ces orifices étant dirigés vers l'axe du tube.
3. Broyeur à contre-jets à lit fluidisé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les parois de la
chambre de broyage associées au tube à double paroi sont elles-mêmes à double paroi, sont
alimentées en agent frigorifique cryogène et comportent des orifices de sortie (25) pour l'agent
frigorifique, ces orifices étant tournés vers le fond.
4. Broyeur à contre-jets à lit fluidisé selon la revendication 1, caractérisé par une jupe (26) tubulaire
concentrique qui sépare la chambre de broyage en un conduit central (37) et un conduit annulaire (38).

EP 0 362 525 B1

5. Broyeur à contre-jets à lit fluidisé selon la revendication 4, caractérisé par une installation d'injection (38) dans le conduit annulaire pour l'agent frigorigère cryogène.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



