

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 796 660 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
14.06.2000 Patentblatt 2000/24

(51) Int Cl.7: **B02C 21/00**, B02C 13/14,
B02C 17/16, B02C 23/24

(21) Anmeldenummer: **97104100.9**

(22) Anmeldetag: **12.03.1997**

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von extrem feinen Pulvern**

Method and device for fabricating ultrafine powders

Procédé et dispositif pour la fabrication de poudres ultrafines

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB IT

(30) Priorität: **21.03.1996 DE 19611112**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.09.1997 Patentblatt 1997/39

(73) Patentinhaber: **Altenburger Maschinen Jäckering
GmbH
59007 Hamm (DE)**

(72) Erfinder: **Andreae-Jäckering, Michael
48155 Münster (DE)**

(74) Vertreter: **Leineweber, Jürgen, Dipl.-Phys.
Aggerstrasse 24
50859 Köln (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 226 900 EP-A- 0 406 903
DE-A- 3 811 910 DE-A- 4 200 827
DE-A- 4 204 600 DE-U- 29 515 434
GB-A- 2 132 128

EP 0 796 660 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

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von extrem feinen Pulvern mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1. Außerdem be-

[0002] Pulver der verschiedensten Art (z.B. Kalzium-Carbonat, Titandioxid, Bentonit, Dolomit, Talkum, Pigmente usw.) müssen aus anwendungstechnischen Gründen immer feiner sein. Die heute erzielbaren Feinheiten liegen bei 1µ. Um diese Feinheiten zu erreichen, werden die hier betroffenen Pulver als Bestandteile einer Suspension in mechanischen Mühlen (Kugelmühlen, Perlmühlen, Ringspaltmühlen usw.) naß gemahlen. Nach dem Vermahlen in der nassen Phase müssen die Pulver getrocknet werden. Dazu ist es bekannt, Sprüh-

[0003] Während der Trocknungsphase entstehen im Sprühtrockner sehr häufig Re-Agglomerate. Diese müssen anschließend abgesichtet, erneut naß vermahlen, um die ursprüngliche Feinheit wiederherzustellen, so-

[0004] Ein Verfahren zur Herstellung von extrem feinen Pulvern mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1 ist aus der DE-A-42 06 600 bekannt. Offenbart ist die Naßmahlung zur Erzielung extrem feiner Pulver. Auf den Nachteil der Naßmahlung, nämlich auf die Notwendigkeit, der Trocknung eine aufwendige Deagglomeration folgen lassen zu müssen, wird ebenfalls hingewiesen. Um u.a. diesen Nachteil zu vermeiden, wird vorgeschlagen, zur Herbeiführung der Trocknung des Pulvers die Flüssigkeit zu verdampfen. Dazu ist offenbart, dass die Verdampfung der Flüssigkeit innerhalb einer Vakuumkammer durch Entspannung bewirkt wird (Figur 1). Weiterhin (Figur 2) ist beschrieben, dass dem Entspannungsverdampfer ein Trockner nachgeordnet wird, in dem das Pulver, das den Entspannungsverdampfer mit einer Restfeuchte von ca. 5% verläßt, nachgetrocknet wird. Mehrere Verdampferbauformen und mehrere Trocknerausführungen werden erwähnt.

[0005] Zum Stand der Technik gehört auch noch der Inhalt der DE-A-38 11 910. Dieses Dokument beschreibt eine Mühle sowie ein Verfahren zum gleichzeitigen Mahlen und Trocknen eines feuchten Produktes. Die Mühle, innerhalb der gleichzeitig gemahlen und getrocknet wird, ist eine Luftwirbelmühle. Das der Mühle zugeführte feuchte Produkt ist teigig, pastös, amorph und/oder plastisch verformbar. Der Zuführung dient eine Schlitzdüse.

[0006] Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, bei einem Verfahren der gattungsgemäßen Art eine Trocknungsphase vorzuschlagen, die eine agglomeratfreie Trocknung der extrem feinen Pulver ermöglicht.

[0007] Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass zur Trocknung des Pulvers eine Luftwirbel-

mühle als Trockner verwendet wird.

[0008] Bei Mühlen dieser Art, wie sie beispielsweise in der EP-B1-226 900 beschrieben werden, beruht das Zerkleinerungsprinzip darauf, dass die Mahlgutpartikel innerhalb einer Vielzahl von Luftwirbeln, die von rotierenden Platten erzeugt werden, auf eine hohe Geschwindigkeit beschleunigt werden und überwiegend gegenseitige Stöße ausführen. Dadurch, dass sich das Gut ständig innerhalb turbulenter Luftströme aufhält, kann den Partikeln anhaftende Feuchtigkeit sehr schnell von der Luft aufgenommen und damit eine schnelle und intensive Trocknung erreicht werden. Zusätzlich bleibt der Zerkleinerungseffekt erhalten, so dass Re-Agglomerate nicht entstehen. Im Vergleich zur herkömmlichen Trocknung von extrem feinen Pulvern in Sprühtrocknern, bei der mehrere nachfolgende Schritte - Sichtung, nasse Nachvermahlung sowie erneute Trocknung und Sichtung - erforderlich sind, kann beim erfindungsgemäßen Verfahren in einem einzigen Verfahrensschritt eine agglomeratfreie Trocknung der Pulver erreicht werden. Zweckmäßig ist es, der als Trockner eingesetzten Luftwirbelmühle heiße Luft als Trägergas zuzuführen und/oder die Suspension über einen Düsen Eintritt direkt in den Mahlraum zu pumpen. Eine Beschleunigung der Trocknung wird dadurch erreicht.

[0009] Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass die agglomeratfreie Trocknung mit einer Oberflächenbehandlung der Pulver kombiniert werden kann. Dieses kann z.B. in der Weise geschehen, daß das Oberflächenbehandlungsmittel zusammen mit der Trägerluft eingeführt wird. Eine andere Möglichkeit besteht darin, daß das Behandlungsmittel in den Mahlraum der Mühle über eine Düse eingesprüht wird.

[0010] Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung sollen anhand von in den Figuren 1 und 2 schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen und anhand von Verfahrensbeispielen erläutert werden.

[0011] Die Figuren 1 und 2 zeigen Anlagen zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens. In beiden Figuren ist die schematisch dargestellte mechanische Mühle, in welcher die Naßvermahlung des Pulvers erfolgt, mit 1 bezeichnet. Mit Hilfe einer Schlauch- oder Monopumpe 2 wird das Produkt kontinuierlich durch die Leitung 3 zur als Trockner dienenden Luftwirbelmühle 4 gefördert und über eine im einzelnen nicht dargestellte Düse in den Mahl- bzw. Trockenraum 5 eingedüst. Von unten wird dem Trockenraum 5 über die Leitung 6 Luft zugeführt. Mit 7 ist der in der Leitung 6 angeordnete Heißlufterzeuger bezeichnet.

[0012] Das getrocknete Pulver verläßt die als Trockner eingesetzte Luftwirbelmühle 4 durch den oberen Produktaustrag 8 und gelangt über die Leitung 9 in einen handelsüblichen Filterzyklon 11, in dem die Trennung von Luft und getrocknetem Pulver erfolgt.

[0013] Die Luft verläßt den Zyklon 11 über die Leitung 12 mit dem Ventilator 13. Das Pulver tritt durch den Pro-

duktaustrag 14 aus.

[0014] In Figur 1 ist angedeutet, daß die mechanische Mühle 1 verlassende Suspension an verschiedenen Stellen in den Trockenraum 5 des Trockners 4 eingedüst werden kann. Die Leitung 3 mit der Pumpe 2 kann in Düsen münden, die auf unterschiedlichen Höhen angeordnet sind. Als Beispiel ist gestrichelt eine in Höhe des oberen Bereichs des Trockenraumes mündende Leitung 3' mit der Pumpe 2' dargestellt. Die Wahl des Ortes der Eindüstung in den Trockenraum 5 hängt von den Eigenschaften des Produktes und/oder von der gewünschten Aufenthaltsdauer im Trockner 4 ab.

[0015] Beim Ausführungsbeispiel nach Figur 2 mündet die Leitung 3 mit der Pumpe 2 in den unteren Bereich des Trockenraumes 5 des Trockners 4. In den oberen Bereich mündet - vorzugsweise ebenfalls über eine Düse - eine Leitung 15 mit der Pumpe 16, welche mit dem Behälter 18 in Verbindung steht. Im Behälter 18 befindet sich ein Oberflächenbehandlungsmittel für das zu trocknende Pulver. Gestrichelt dargestellt ist eine Alternative dazu, bei der vorzugsweise in Pulverform vorliegendes Oberflächenbehandlungsmittel in die Luftansaugung des Trockners 4 eingeführt wird. Dazu ist die in die Luftleitung 6 mündende Leitung 19 mit dem Gebläse 21 vorgesehen, die mit dem das Mittel enthaltenden Behälter 22 in Verbindung steht.

[0016] Während des Betriebs werden dem Trockenraum 5 des Trockners 4 über die Leitung 6 heiße Luft und über die Leitung 3 (bzw. 3') die Suspension mit dem zu trocknenden Pulver zugeführt. Die Trocknung der Pulver erfolgt schnell, schonend und agglomeratfrei innerhalb der Vielzahl der erzeugten Luftwirbel, z.B. auf Restfeuchten von 0,5 % und weniger. Das getrocknete Pulver und die Luft verlassen den Trockner 4 über den Austrag 8 und werden im Zyklon 11 voneinander getrennt.

[0017] Ist gleichzeitig eine Oberflächenbehandlung (coating) gewünscht, kann - wie in Figur 2 gezeigt - ein flüssiges Behandlungsmittel in den oberen Bereich des Trockenraumes 5 eingedüst werden. In diesem Bereich ist in den unteren Bereich eingedüstes Produkt bereits trocken, so daß dem Pulver anhaftende Feuchtigkeit die gewünschte Beschichtung nicht stört. Für den Fall, daß dem Produkt anhaftende Feuchtigkeit den Beschichtungsprozeß nicht stört, kann das Behandlungsmittel auch in den Heißluftstrom in der Leitung 6 eingeführt werden. Dieses gilt auch für trockene Oberflächenbehandlungsmittel, die in Pulverform z.B. in den Luftansaugstutzen des Trockners 4 eindosiert werden.

[0018] Folgende mit Wasser vermahlene Pulver mit Korngrößen zwischen 1 und 50 µm konnten in einer Versuchsanlage getrocknet werden:

Produkt	Trocken-Substanz	
	Eingang	Endprodukt
Calcium-Carbonat	50 - 65 %	99,6 %

(fortgesetzt)

Produkt	Trocken-Substanz	
	Eingang	Endprodukt
Magnet-Schlamm	30 - 35 %	99,5 %
Chromoxid	40 - 45 %	99,6 %
Pigmente	25 - 30 %	99,5 %
Eisenoxid	32 - 38 %	99,8 %
Ceolit	60 %	95 %

[0019] Die Produkte durchströmen die Mühle innerhalb weniger Millisekunden und werden dem Heißgasstrom, welcher durch die Mühle in Wirbel versetzt wird, ausgesetzt. Hierbei verdampft spontan das Wasser, ohne daß die Produkte eine Chance zur Reagglomeration haben. Die typischen Eingangstemperaturen liegen zwischen 200° und 400° C, in einigen Sonderfällen bis 500 ° C, die typischen Ausgangstemperaturen der Mühle liegen bei 70° bis 110° C. Es wird also in einer sehr kurzen Zeit ein Temperaturgefälle von zum Teil weit über 300° C erreicht.

[0020] Eine Coatierung des Produktes kann z.B. mit in Pulverform vorliegendem Stearat oder mit flüssiger Stearinsäure durchgeführt werden. Stearat wird vorzugsweise in die Heißluftansaugung, Stearin in den Trockenraum 5 (vgl. Figur 2) zudosiert. Erfolgreiche Versuche sind mit Calcium-Carbonat und Kreide (Eingangs-TS jeweils etwa 60 %) sowie Pigmenten und Kalkhydrat (Eingangs-TS jeweils etwa 30 %) durchgeführt worden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von extrem feinen Pulvern bei dem das Ausgangsprodukt in einer mechanischen Mühle (1) derart naß vermahlen wird, dass das die Mühle (1) verlassende Pulver die gewünschte Korngröße hat und als Bestandteil einer Suspension vorliegt, und bei dem das Pulver anschließend durch Verdampfen der Flüssigkeit getrocknet wird, dadurch gekennzeichnet, dass zur Trocknung des Pulvers eine Luftwirbelmühle als Trockner (4) verwendet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Trockner (4) heiße Luft als Trägergas zugeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Eingangstemperaturen zwischen 200° und 500° C, die Ausgangstemperaturen zwischen 70° und 110° C liegen.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension mit dem zu

trocknenden Pulver in den Mahl- bzw. Trockenraum (5) des Trockners (4) eingedüst wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß im Trockner (4) zusätzlich zur Trocknung eine Oberflächenbehandlung des Pulvers durchgeführt werden kann. 5
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß flüssiges Oberflächenbehandlungsmittel in den Trockenraum (5) des Trockners (4) eingedüst wird. 10
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension mit dem zu trocknenden Pulver bei von unten nach oben durchströmtem Trockenraum in den unteren Bereich des Trockenraumes (5) und das Oberflächenbehandlungsmittel in den oberen Bereich des Trockenraumes (5) eingeführt wird. 15
8. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß in Pulverform vorliegendes Oberflächenbehandlungsmittel in die Luftansaugung des Trockners (4) eingeführt wird. 20
9. Anlage zur Durchführung eines Verfahrens zur Herstellung extrem feiner Pulver mit einer das Pulver naß vermahlenden mechanischen Mühle (1) und einem Trockner (4), dadurch gekennzeichnet, daß der Trockner (4) eine Luftwirbelmühle ist. 25
10. Anlage nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Austritt der mechanischen Mühle (1) über eine Leitung (3) mit einer Pumpe (2) mit dem Mahl- bzw. Trockenraum (5) des Trockners (4) in Verbindung steht. 30
11. Anlage nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Mündung der Leitung (3) in den Trockenraum (5) als Düse ausgebildet ist. 35
12. Anlage nach Anspruch 9, 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß dem Produktaustrag (8) des Trockners (4) ein Filterzyklon (11) nachgeordnet ist. 40
13. Anlage nach einem der Ansprüche 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß in den Trockenraum (5) des Trockners (4) eine Leitung (15) mündet, die mit einem Behälter (18) für flüssiges Oberflächenbehandlungsmittel in Verbindung steht. 45
14. Anlage nach einem der Ansprüche 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß in den Luftansaugbereich des Trockners (4) eine Leitung (19) mündet, die mit einem Behälter (22) für pulverförmiges Oberflächenbehandlungsmittel in Verbindung steht. 50

Claims

1. Method for producing ultra-fine powders whereby the initial product is damp ground in a mechanical grinder in such a manner that the powder leaving the grinder (1) has the desired granule size and exists in the form of a suspension and subsequently undergoes drying by means of liquid vaporization and is characterized in that an air-whirl grinder (4) is used for drying the powder.
2. Method in accordance with claim 1 characterized in that hot air is fed as the carrier gas to the dryer (4).
3. Method in accordance with claims 1 or 2 characterized in that the input temperatures are between 200 °C and 500 °C and the output temperatures are between 70 °C and 110 °C.
4. Method in accordance with claim 1, 2 or 3 characterized in that the suspension with the powder to be dried is injected into the grinding, i.e. drying chamber (5) of the dryer (4).
5. Method in accordance with the previous claims characterized in that in addition to the drying an extra surface treatment can be performed on the powder in the dryer (4).
6. Method in accordance with claim 5 characterized in that a liquid surface treating agent is injected into the drying chamber (5) of the dryer (4).
7. Method in accordance with claim 6 characterized in that in a drying chamber with air flowing from bottom to top the suspension with the powder to be dried is injected into the lower part of the drying chamber (5) while the surface treatment agent is injected into the upper part of the chamber (5).
8. Method in accordance with claim 5 characterized in that a surface treatment agent existing in powder form is fed into the aspiration hole of the dryer (4).
9. System for performing a method to produce ultra-fine powder with a mechanical grinder (1) designed to damp grind the powder and a dryer (4) characterized in that the dryer (4) is an air-whirl type grinder.
10. System in accordance with claim 9 characterized in that the outlet of the mechanical grinder (1) is connected to the grinding i.e. drying chamber (5) of the dryer (4) via a (line (3) equipped with a pump (2).
11. System in accordance with claim 10 characterized in that the outlet of the line (3) in the drying compartment (5) forms an injection nozzle.

12. System in accordance with claim 9, 10 or 11 characterized in that a filter cyclone (11) is set up downstream for the product discharge (8) of the dryer (4).
13. System in accordance with one of the claims 9 to 12 characterized in that a line (15) outlet in the drying chamber (5) of the dryer (4) connects up to a reservoir (18) containing the liquid surface treating agent.
14. System in accordance with one of the claims 9 to 13 characterized in that a line (19) outlet in the air intake area of the dryer (4) is connected to a reservoir (22) for the powder-like surface treating agent.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication de poudres ultrafines lors duquel le produit de départ est moulu par voie humide dans un broyeur (1) mécanique de sorte que la poudre quittant le broyeur (1) ait la grosseur de grain souhaitée et soit disponible en tant que constituant d'une suspension et lors duquel la poudre est finalement séchée par évaporation du liquide, caractérisé par le fait qu'un broyeur à tourbillons d'air est utilisé comme sécheur (4) pour le séchage de la poudre.
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé par le fait que de l'air chaud est introduit comme gaz vecteur dans le sécheur (4).
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 caractérisé par le fait que les températures d'entrée sont comprises entre 200 et 500° C et les températures de sortie entre 70 et 110° C.
4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3 caractérisé par le fait que la suspension avec la poudre à sécher est injectée dans la zone de broyage et de séchage (5) du sécheur (4).
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé par le fait qu'un traitement de surface de la poudre est réalisé dans le sécheur (4), en plus du séchage.
6. Procédé selon la revendication 5 caractérisé par le fait qu'un produit liquide de traitement de surface est injecté dans la zone de séchage (5) du sécheur (4).
7. Procédé selon la revendication 6 caractérisé par le fait que la suspension avec la poudre à sécher est introduite dans la partie inférieure de la zone de séchage (5) et que le produit de traitement de surface est introduit dans la partie supérieure de la zone de

séchage (5), la zone de séchage étant traversée de bas en haut.

8. Procédé selon la revendication 5 caractérisé par le fait que le produit de traitement de surface pulvérulent est introduit dans l'admission d'air du sécheur (4).
9. Dispositif pour l'exécution d'un procédé pour la fabrication de poudres ultrafines avec un broyeur (1) mécanique broyant la poudre par voie humide et un sécheur (4), caractérisé par le fait que le sécheur (4) est un broyeur à tourbillons d'air.
10. Dispositif selon la revendication 9 caractérisé par le fait que la sortie du broyeur (1) mécanique est en liaison avec la zone de broyage et de séchage (5) du sécheur (4) par l'intermédiaire d'une conduite (3) avec pompe (2).
11. Dispositif selon la revendication 10 caractérisé par le fait que l'ouverture de la conduite (3) dans la zone de séchage (5) est en forme de tuyère.
12. Dispositif selon la revendication 9, 10 ou 11 caractérisé par le fait qu'un cyclone filtre (11) est disposé en aval de la sortie du produit (8) du sécheur (4).
13. Dispositif selon l'une des revendications 9 à 12 caractérisé par le fait qu'une conduite (15) débouche dans la zone de séchage (5) du sécheur (4) ; cette conduite est reliée à un réservoir (18) pour le produit liquide de traitement de surface.
14. Dispositif selon l'une des revendications 9 à 13 caractérisé par le fait qu'une conduite (19) débouche dans la zone d'aspiration d'air du sécheur (4) ; cette conduite est reliée à un réservoir (22) pour le produit pulvérulent de traitement de surface.

