

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 860 211 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
**26.08.1998 Patentblatt 1998/35**

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **B05B 17/06**, B01F 3/04

(21) Anmeldenummer: **98100446.8**

(22) Anmeldetag: **13.01.1998**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC  
NL PT SE**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(30) Priorität: **20.02.1997 DE 19706698**

(71) Anmelder:  
**Degussa Aktiengesellschaft  
60311 Frankfurt (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Katusic, Stipan  
65779 Kelkheim (DE)**  
• **Golchert, Rainer  
64283 Darmstadt (DE)**  
• **Mangold, Helmut, Dr.  
63517 Rodenbach (DE)**

(54) **Ultraschallvernebelung**

(57) Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von mit flüssiger Phase hochbeladenen Aerosolen mit kleinen Tröpfchen, mittels Ultraschallschwinger, wobei ein Ultraschallschwinger plan oder in einer Neigungsebene von 1 bis 20 Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt, und bei Verwendung von mehreren Schwingern in einer kompakten Einheit diese jeweils in einer Vertiefung sitzen und jeder einzelne Schwinger plan oder mit einer Neigungsebene zwischen 1 und 20 Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt. Die Aerosole können als Rohstoff zur Pyrolyse, zur Beschichtung, zur Dotierung von Substanzen und in der Medizin eingesetzt werden.

**EP 0 860 211 A1**

**Beschreibung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Aerosolen, insbesondere von Aerosolen von Salzlösungen, mittels Ultraschallvernebelung.

Die Herstellung von Aerosolen, insbesondere von Aerosolen von salzhaltigen Lösungsmitteln, in einer Gasphase ist eine Aufgabe, wie sie bei der Herstellung von pyrolytischen oder pyrolytisch zersetzbaren Materialien, beispielsweise der Spraypyrolyse gestellt wird.

Bekanntermaßen erfolgt die Herstellung von Aerosolen mittels Düsen oder durch Ultraschallvernebelung entsprechender Salzlösungen. Dabei wird ein Ultraschallschwinger eingesetzt.

Der Nachteil der bekannten Verfahren liegt darin, daß der Gehalt an Salzlösung in dem fluiden Trägermedium, welches üblicherweise ein Gas ist, nur innerhalb eines engen Bandes, ohne das Tröpfchenspektrum des Aerosols entscheidend zu beeinflussen, variiert werden kann.

Für bestimmte Anwendungsgebiete ist es jedoch erforderlich, die Konzentration des Feststoffes oder der Flüssigkeit in dem Gas bei unverändertem Tröpfchenspektrum des Aerosols über einen großen Bereich zu variieren. Insbesondere stellt sich die Aufgabe, eine hohe Fremdgasbelastung, die gleichbedeutend mit einer niedrigen Konzentration an festen oder fluiden Phasen in dem Gasstrom ist, zu vermeiden.

Die Erzeugung von Aerosolen mit hohen Konzentrationen an Salzlösungen in der Gasphase (bis ca. 800 g/Nm<sup>3</sup>) und dem gleichzeitigen Vorliegen eines Tröpfchenspektrums mit d50-Wert im Bereich von ca. 6 µm, d. h. relativ kleine Tröpfchen, war bisher technisch nicht machbar.

Es bestand somit die Aufgabe, ein Verfahren und eine Vorrichtung, zur Herstellung von Aerosolen mit hohen Konzentrationen einer Salzlösung in der Gasphase, wobei gleichzeitig ein Tröpfchenspektrum mit möglichst kleinen Tröpfchendurchmessern sichergestellt ist, zu entwickeln.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von mit flüssiger Phase hochbeladenen Aerosolen mit kleinen Tröpfchen mittels Ultraschallschwingern, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß ein Ultraschallschwinger plan oder in einer Neigungsebene von 1 bis 20, bevorzugt zwischen 5 und 8, Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt, daß bei Verwendung von mehreren Schwingern in einer kompakten Einheit diese jeweils in einer Vertiefung sitzen und jeder einzelne Schwinger plan oder mit einer Neigungsebene zwischen 1 bis 20, bevorzugt zwischen 5 und 8, Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt.

Als Flüssigkeit kann man alle bekannten wässrigen Lösungen von Salzen oder Suspensionen von Salzen in Wasser einsetzen.

Die Konzentrationen der Salze in diesen Lösungen oder Suspensionen können von 0,0001 bis 20 Gew.-% sein.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann die Konzentration 4 bis 6 Gew.% insbesondere 5 Gew.% betragen.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur Herstellung von mit flüssiger Phase hochbeladenen Aerosolen mit kleinen Tröpfchen, welche dadurch gekennzeichnet ist, daß ein Ultraschallschwinger plan oder in einer Neigungsebene von 1 bis 20, bevorzugt zwischen 5 und 8, Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt, daß bei Verwendung von mehreren Schwingern in einer kompakten Einheit diese jeweils in einer Vertiefung sitzen und jeder einzelne Schwinger plan oder mit einer Neigungsebene zwischen 1 bis 20, bevorzugt zwischen 5 und 8 Grad, gegenüber der Flüssigkeit schwingt, wobei sich über den Ultraschallschwingern eine Flüssigkeit befindet, deren Höhe über der Schwingenebene kontrolliert werden kann, und optimal über die Flüssigkeit ein Trägergas, mit dem das erzeugte Aerosol ausgetragen wird, eingespeist werden kann.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Aerosol, hergestellt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß es eine Beladung in der Gasphase von mehr als 100 g/Nm<sup>3</sup> Flüssigkeit aufweist, wobei der d90-Werte des Tröpfchenspektrums (Volumenwert) unter 30 µm, zwischen 1 und 30 µm, bevorzugt zwischen 1 und 10 µm, liegt.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Aerosole als Rohstoff zur Pyrolyse, zur Beschichtung, zur Dotierung von Substanzen und in der Medizin.

Es ist bekannt, ein Aerosol mittels kommerziell erhältlicher Ultraschallschwinger zu erzeugen.

Ein solcher kommerziell erhältlicher Schwinger der Fa. Panasonic (Typ EFEHEV1R7M52, 1,63 MHz) weist bei einer Vernebelung von destilliertem Wasser (bei 50°C) und einem darüber angelegten Trägergasstrom von 1,0 Nm<sup>3</sup>/h Luft ein Tröpfchenspektrum des vernebelten Wassers auf, wie es in Figur 1 und Tabelle 1 gezeigt ist.

Tabelle 1

(Erläuterungen zu Figur 1)							
x/mym	Q3 (%)	x/mym	Q3 (%)	x/mym	Q3 (%)	x/mym	Q3 (%)
		3,10	17,89	12,50	76,61	51,00	100,00
0,90	0,00	3,70	24,33	15,00	82,27	61,00	100,00
1,10	0,28	4,30	30,40	18,00	87,13	73,00	100,00
1,30	1,06	5,00	36,88	21,00	90,63	87,00	100,00
1,50	2,24	6,00	45,15	25,00	94,01	103,00	100,00
1,80	4,54	7,50	55,66	30,00	96,86	123,00	100,00
2,20	8,27	9,00	64,03	36,00	98,80	147,00	100,00
2,60	12,45	10,50	70,39	43,00	99,76	175,00	100,00
		x10 = 2,37 mym		x50 = 6,69 mym		x90 = 20,46	
		x5 = 1,85 mym		x30 = 4,26 mym		x84 = 16,07	

Der d90-Wert (90 % der Tröpfchen, Volumenanteil) beträgt 20,46  $\mu\text{m}$ , der d50-Wert 6,69  $\mu\text{m}$ .

Die Tröpfchenspektren werden mittels eines Laserbeugungsspektrometers "Helos" der Firma Sympatic ermittelt.

Die Erzeugung eines Tröpfchenspektrums mit einem niedrigeren d50-Wert kann erfindungsgemäß erfolgen, wenn der Einbau des Ultraschallschwingers abweichend zur Einbaumethode nicht parallel zur Flüssigkeitsoberfläche erfolgt, sondern die Schwingebene des Ultraschallschwingers in einem Winkel von 1 bis 20 Grad, bevorzugt von 5 bis 8 Grad, zur Ebene der Flüssigkeit erfolgt. Diese Anordnung ist in Figur 2 schematisch gezeigt.

Das mit dieser Einbaumethode erzielte Tröpfchenspektrum (bei einer Trägerluftmenge von 0,9  $\text{Nm}^3/\text{h}$ ) ist in Figur 3 und Tabelle 2 gezeigt.

Tabelle 2

(Erläuterungen zu Figur 3)							
x/mym	Q3 (%)	x/mym	Q3 (%)	x/mym	Q3 (%)	x/mym	Q3 (%)
		3,10	32,96	12,50	99,01	51,00	100,00
0,90	0,00	3,70	44,30	15,00	99,94	61,00	100,00
1,10	0,00	4,30	53,86	18,00	100,00	73,00	100,00
1,30	0,78	5,00	62,87	21,00	100,00	87,00	100,00
1,50	2,70	6,00	72,69	25,00	100,00	103,00	100,00
1,80	7,00	7,50	84,25	30,00	100,00	123,00	100,00
2,20	14,35	9,00	91,99	36,00	100,00	147,00	100,00
2,60	22,59	10,50	96,46	43,00	100,00	175,00	100,00
		x10 = 1,96 mym		x50 = 4,06 mym		x90 = 8,61	
		x5 = 1,66 mym		x30 = 2,96 mym		x84 = 7,47	

Tabelle 3 zeigt den Effekt des geneigten Einbaus des Ultraschallschwingers auf das Tröpfchenspektrum. Angegeben sind die gemessenen Tröpfchendurchmesser.

Tabelle 3

Effekt des gegen die Flüssigkeit geneigten Einbaus auf die Tröpfchengröße			
Ultraschallschwinger	d10 $\mu\text{m}$	d50 $\mu\text{m}$	d90 $\mu\text{m}$
Einbau plan	2,37	6,69	20,46
7 Grad Neigung	1,96	4,06	8,61

Um eine möglichst hohe Bedadung der Gasphase mit Salzlösung zu erreichen, wäre ein Zusammenschalten mehrerer Ultraschallschwinger in einer Vernebelungseinheit denkbar.

Eine solche Zusammenschaltung mehrerer Schwinger in einem kompakten Apparat führt zu einer gegenseitigen Beeinflussung der Schwinger (und zu einer reduzierten Vernebelungsleistung) sowie zu einer möglichen gegenseitigen Zerstörung der Schwinger.

Erfindungsgemäß wurde das Problem der Zusammenschaltung von Ultraschallschwingern ohne Leistungseinbuße und gegenseitige Zerstörung dadurch gelöst, daß die Schwinger in einer Vertiefung sitzen, wie es in Figur 4 schematisch gezeigt wird. Dadurch ist ein gleichzeitiger Betrieb von mehreren Schwingern möglich, ohne daß die erwähnten Nachteile auftreten.

Werden die in der Vertiefung sitzenden Ultraschallschwinger noch in ihrer Schwingungsachse gegen die Flüssigkeitsoberfläche geneigt, und zwar zwischen 1 und 20 Grad, bevorzugt jedoch zwischen 5 und 8 Grad, so tritt - wie überraschenderweise gefunden wurde - eine gegenüber dem planen Einbau eine erhöhte Vernebelungsleistung der Ultraschallschwinger auf. Dies ist in Tabelle 2 gezeigt, wo die Vernebelungsleistung mehrerer, in Vertiefung sitzender zusammenschalteter Ultraschallschwinger in planem bzw. geneigtem Einbau miteinander verglichen werden.

Tabelle 4

Einfluß der Ebene der Ultraschallschwinger auf die Vernebelungsleistung. Wassertemperatur 30°C. Trägerstrom: Luft 1 Nm <sup>3</sup> /h, Trägergastemperatur 25°C.				
Anzahl der Schwinger	7°-Anordnung Vernebelungsleistung [g/h]		Plane Anordnung Vernebelungsleistung [g/h]	
	Gesamt	pro Schwinger	Gesamt	pro Schwinger
3	424	141,3	215	71
4	525	131,3	290	72,5
5	495	99	310	62

In Figur 5 und Figur 6 ist der Apparat zur Herstellung hochbelasteter Aerosole mit kleinen Tröpfchendurchmessern gezeigt.

Es besteht aus 9 Ultraschallschwingern, die wie in Figur 5 angeordnet sind. Jeder dieser Ultraschallschwinger sitzt zur Vermeidung der gegenseitigen Beeinflussung bzw. Zerstörung in einer Vertiefung (Figur 6). Durch die entsprechende Regelung wird eine konstante Füllstandhöhe über den Schwingern gewährleistet. Die in den Vertiefungen sitzenden Ultraschallschwinger sind mit ihrer Schwingfläche mit 7° gegen die Flüssigkeitsebene geneigt. Die tiefste Stelle der jeweiligen äußeren Schwinger liegt zur Kreismitte hin.

Über der Flüssigkeit befinden sich zwei Gaseinleitungsrohre, in die das Trägergas gegeben wird.

Das mit Flüssigkeiten hochbelastete Aerosol tritt aus der großen Öffnung nach oben hin aus.

Vorteil:

Der Vorteil der erfindungsgemäßen Verfahren und des Apparates liegt darin, (mit Flüssigkeitströpfchen) hochbelastete Aerosole herzustellen, wobei das hochbelastete Aerosol eine kleine Tröpfchengröße aufweist.

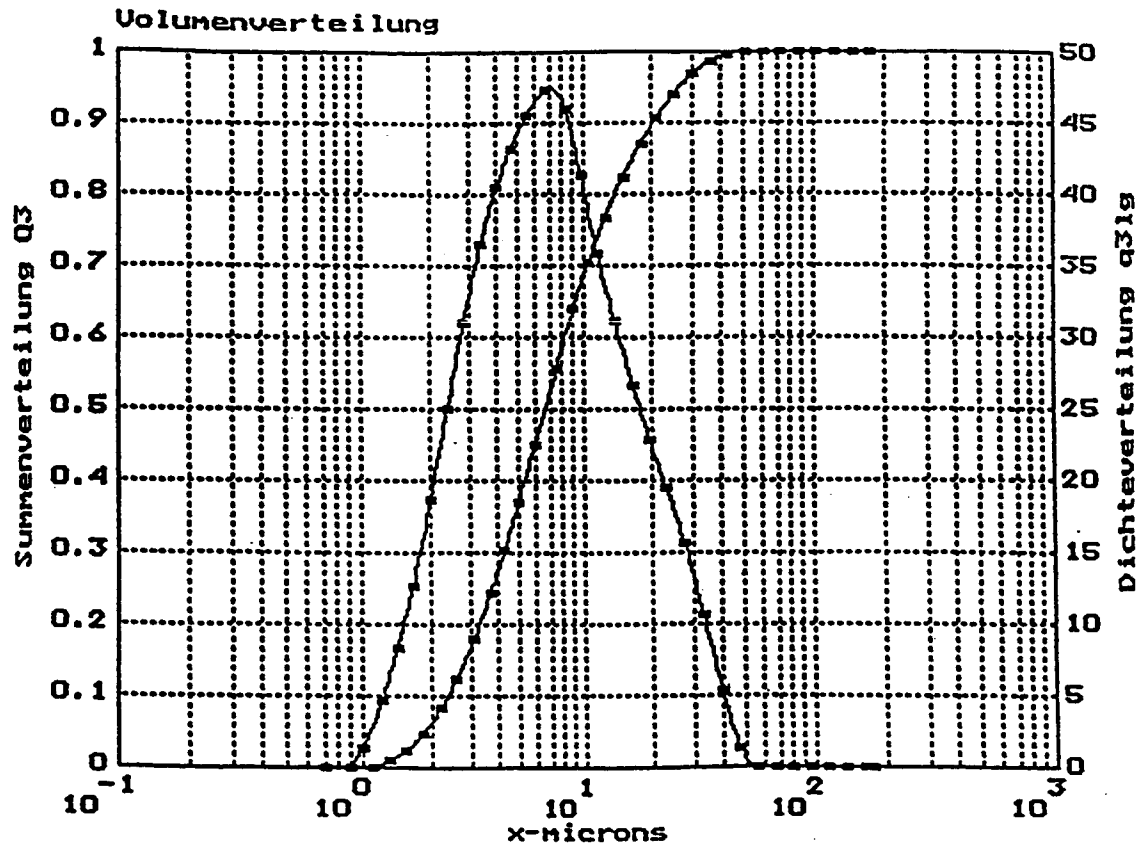
Anwendungsgebiete:

Die nach diesen Verfahren erzeugten Aerosole können als Rohstoff für eine anschließende Pyrolyse, für Beschich-

tungen, zur Dotierung von Substanzen und in der Medizin angewandt werden.

### Patentansprüche

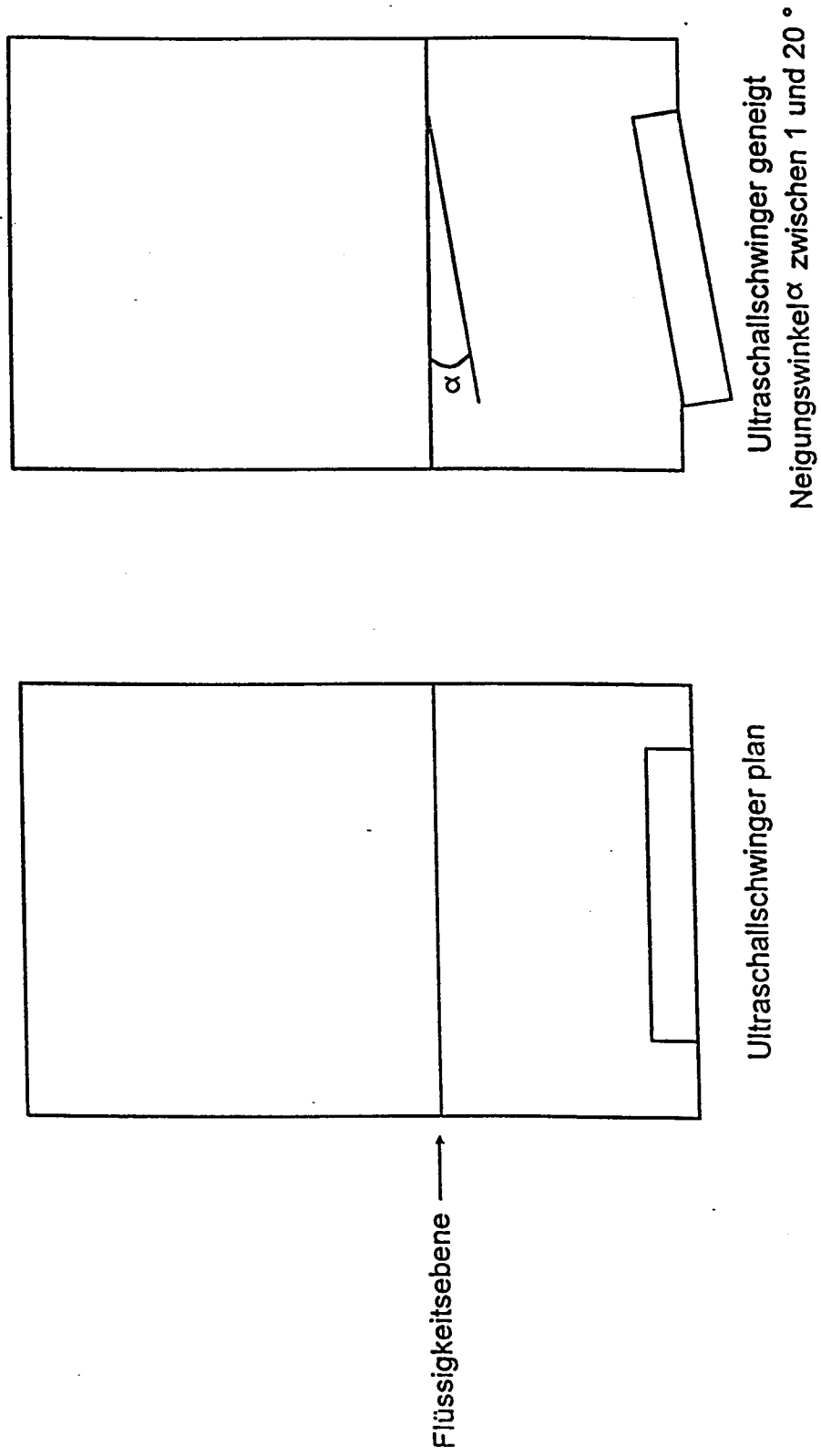
- 5 1. Verfahren zur Herstellung von mit flüssiger Phase hochbeladenen Aerosolen mit kleinen Tröpfchen mittels Ultraschallschwinger, dadurch gekennzeichnet, daß ein Ultraschallschwinger plan oder in einer Neigungsebene von 1 bis 20, bevorzugt zwischen 5 und 8, Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt, daß bei Verwendung von mehreren Schwingern in einer kompakten Einheit diese jeweils in einer Vertiefung sitzen und jeder einzelne Schwinger plan oder mit einer Neigungsebene zwischen 1 bis 20, bevorzugt zwischen 5 und 8, Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt.  
10
2. Vorrichtung zur Herstellung von mit flüssiger Phase hochgeladenen Aerosolen mit kleinen Tröpfchen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Ultraschallschwinger plan oder in einer Neigungsebene von 1 bis 20, bevorzugt zwischen 5 und 8, Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt, daß bei Verwendung von mehreren Schwingern in einer kompakten Einheit diese jeweils in einer Vertiefung sitzen und jeder einzelne Schwinger plan oder mit einer Neigungsebene zwischen 1 und 20, bevorzugt zwischen 5 und 8, Grad gegenüber der Flüssigkeitsebene schwingt, wobei sich über den Ultraschallschwingern eine Flüssigkeit befindet, deren Höhe über der Schwingenebene kontrolliert werden kann, und optimal über die Flüssigkeit ein Trägergas, mit dem das erzeugte Aerosol ausgetragen wird, eingespeist werden kann.  
15  
20
3. Ein Aerosol hergestellt nach Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es eine Beladung in der Gasphase von mehr als  $100 \text{ g/Nm}^3$  Flüssigkeit aufweist, wobei der  $d_{90}$ -Wert des Tröpfchenspektrums (Volumenwert) unter  $30 \mu\text{m}$ , bevorzugt zwischen 1 und  $8 \mu\text{m}$ , liegt.
- 25 4. Verwendung der nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1 hergestellten Aerosole als Rohstoff zur Pyrolyse, zur Beschichtung, zur Dotierung von Substanzen und in der Medizin.

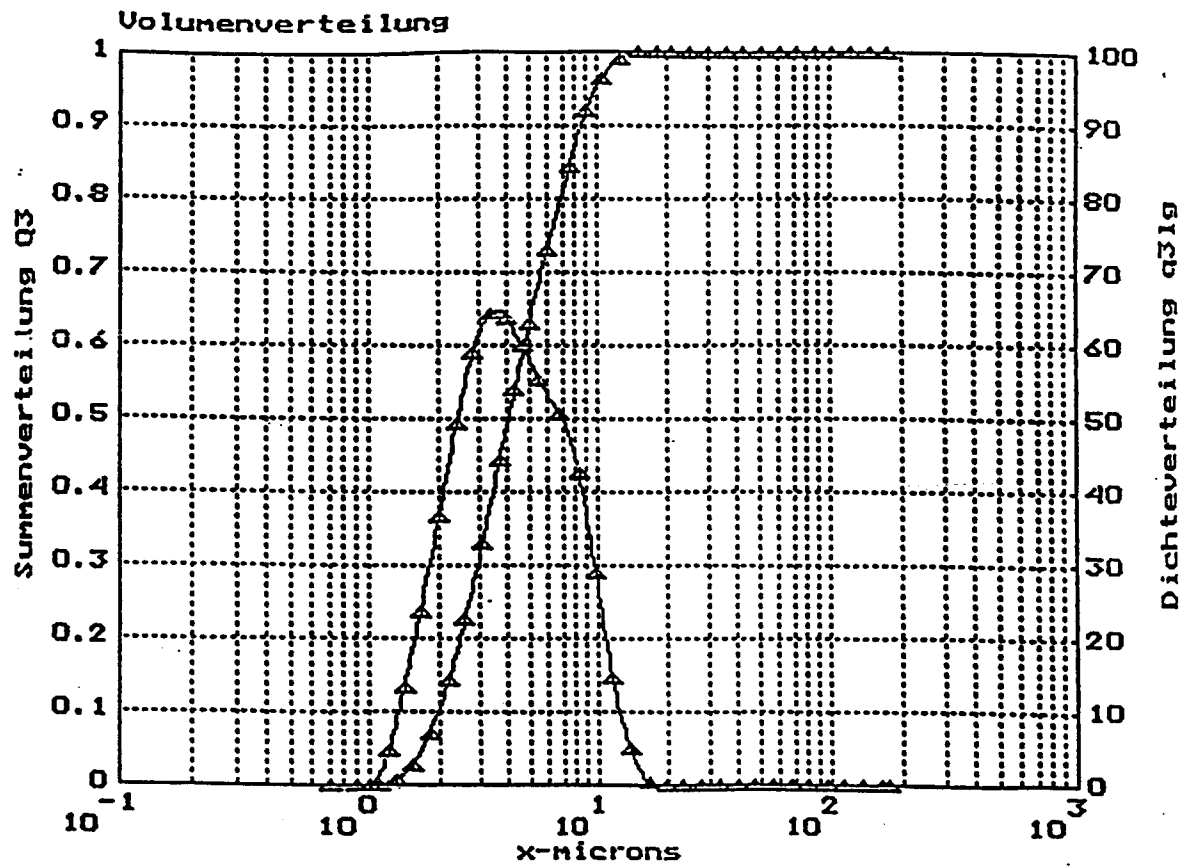


Figur 1

Figur 2

Schwinge ebene des Ultraschallschwingers





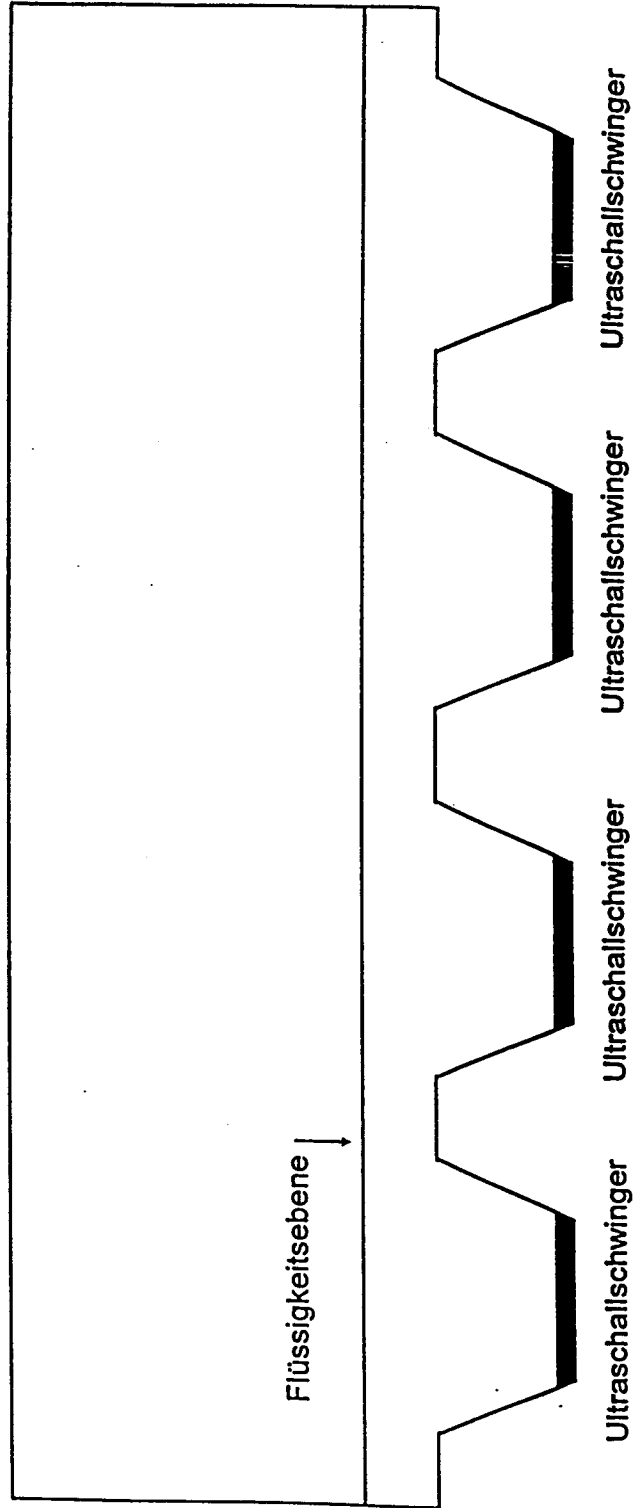
Figur 3



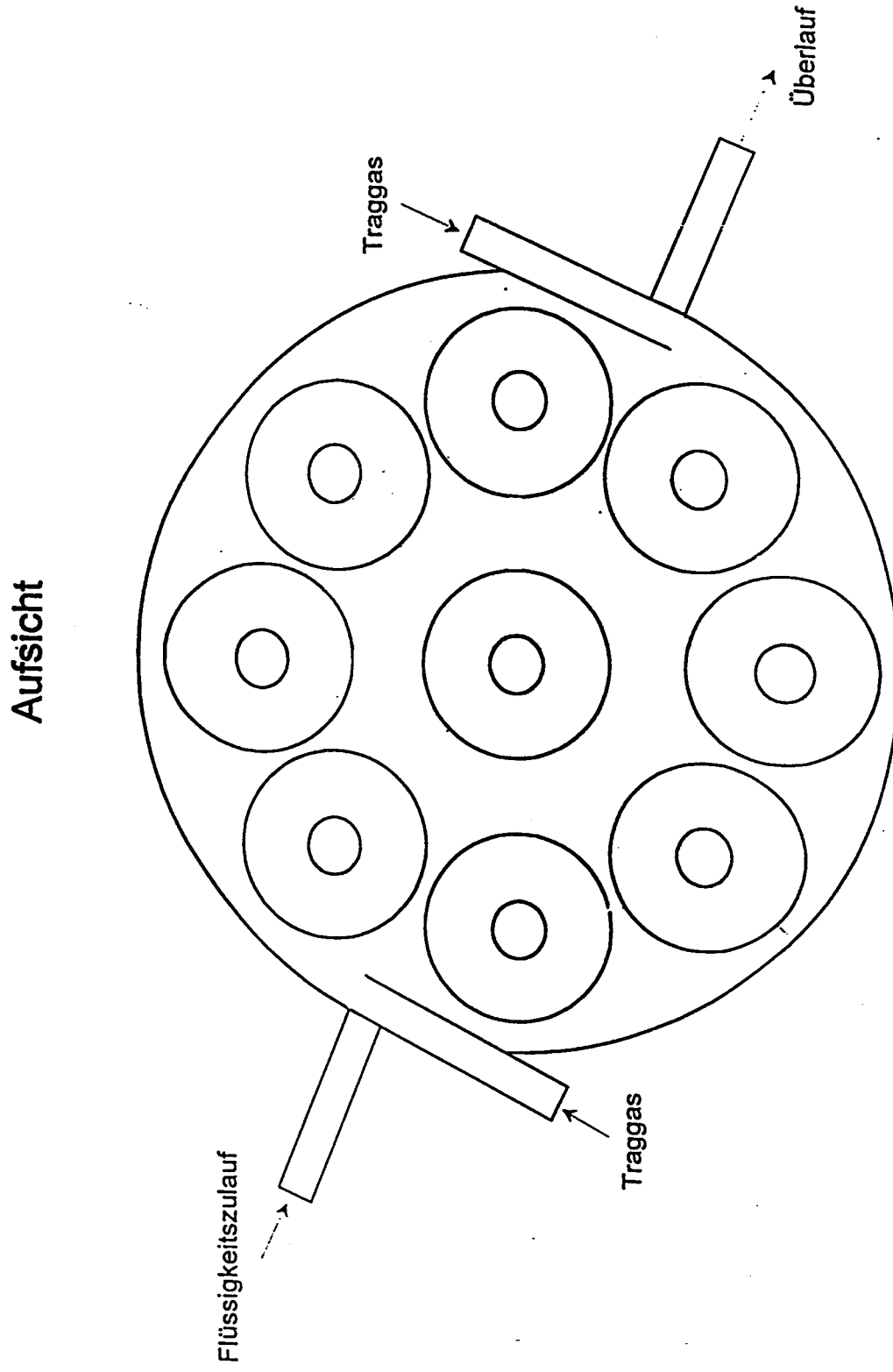
Figur 4

Schwingereinbau in Vertiefungen

EP 0 860 211 A1

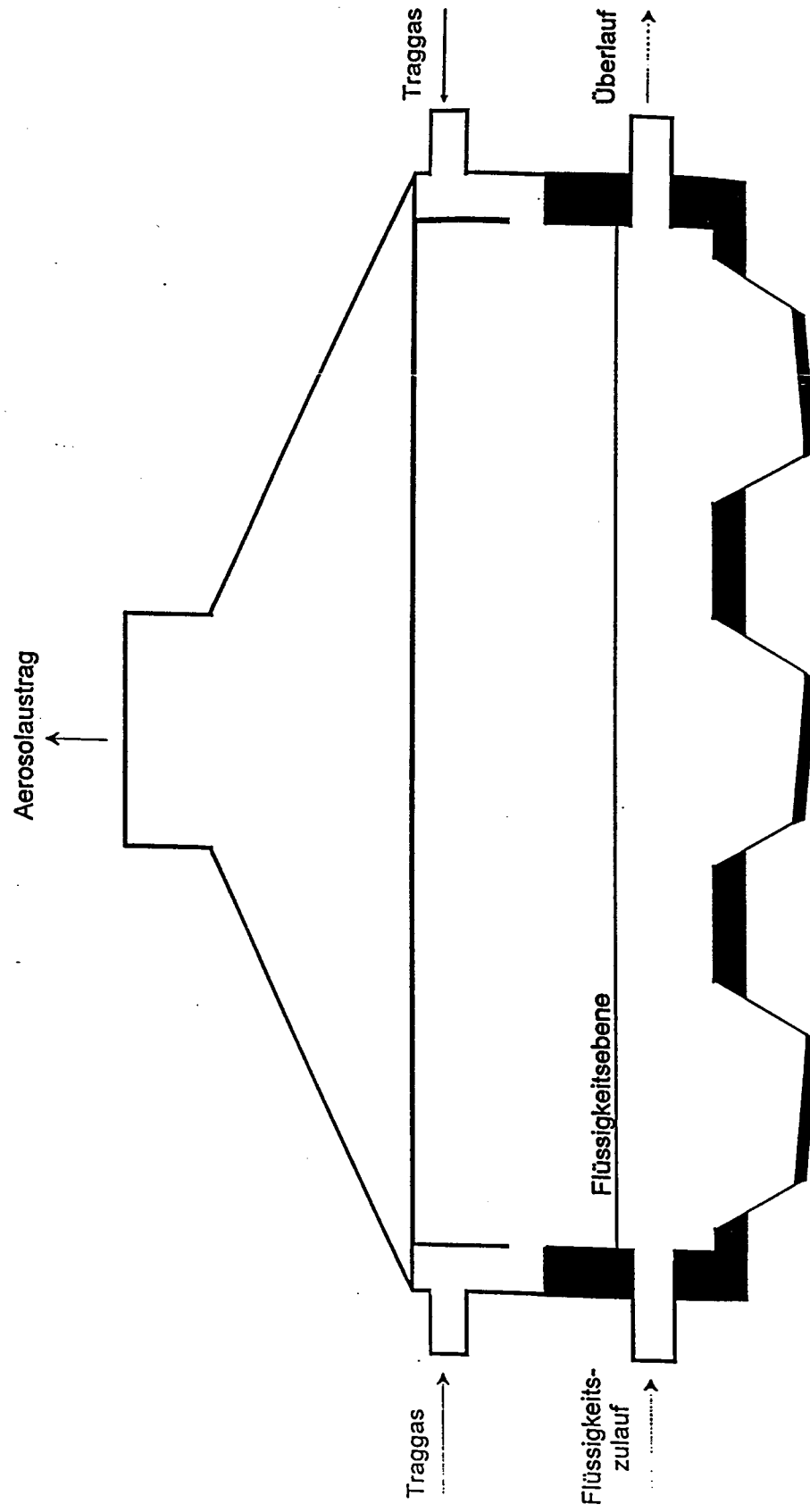


Figur 5



Figur 6

Apparatur zur Herstellung hochbelasteter Aerosole





Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 98 10 0446

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	US 3 901 443 A (S.MITSUI ET AL) * Spalte 4, Zeile 27-40 - Spalte 5, Zeile 36-45; Anspruch 1; Abbildungen 1,5,8 *	2	B05B17/06 B01F3/04
Y	---	1,4	
Y	EP 0 158 038 A (R.SIMON) * Ansprüche 1,8,25; Abbildungen *	1,4	
Y	---		
Y	EP 0 411 499 A (HOECHST AG) * Anspruch 1; Abbildung 1 *	1,4	
X	---		
X	US 4 656 963 A (T.YONEHARA ET AL) * Spalte 11, Zeile 47-52 *	3	
A	---		
A	US 4 410 139 A (K.NISHIKAWA ET AL) * Anspruch 1; Abbildungen 2,6,9 *	2	
	-----		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			<b>RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)</b>  B05B B01F F41H A63J
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	
BERLIN		12. Februar 1998	
Prüfer		Cordero Alvarez, M	
<b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b> X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)