

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 901 810 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
17.03.1999 Patentblatt 1999/11

(51) Int. Cl.⁶: **B01F 5/04**

(21) Anmeldenummer: 98115928.8

(22) Anmeldetag: 24.08.1998

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

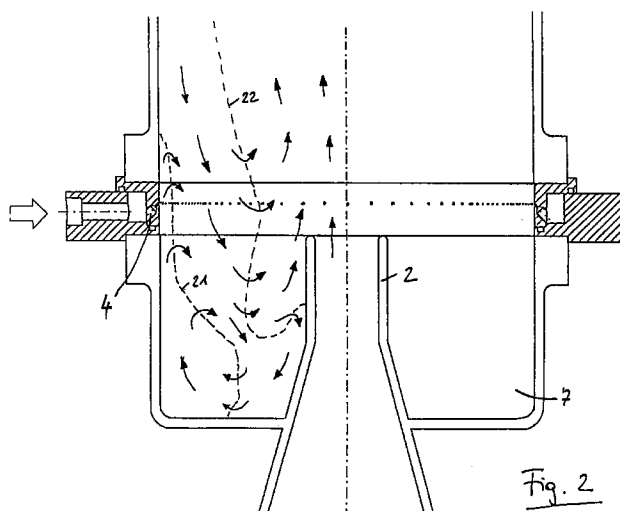
(30) Priorität: 05.09.1997 DE 19738870

(71) Anmelder: **BAYER AG**
51368 Leverkusen (DE)

(72) Erfinder:
• **Maul, Christine, Dr.**
51065 Köln (DE)
• **Stenger, Matthias, Dr.**
40789 Monheim (DE)
• **Tofahrn, Jörg**
51373 Leverkusen (DE)
• **Van Teeffelen, Michael**
42549 Velbert (DE)

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Vermischung einer Tröpfchendisersion mit einer Flüssigkeit**

(57) Es werden ein Verfahren und eine Vorrichtung zur schonenden kontinuierlichen Vermischung einer Tröpfchendisersion mit einer Flüssigkeit beschrieben, wobei die Flüssigkeit in Form einer Vielzahl finer Flüssigkeitsstrahlen in die Tröpfchendisersion injiziert wird, so daß die kinetische Energie der Flüssigkeitsstrahlen auf kurze Entfernung von der Injektionsstelle dissipiert und die weitere Vermischung durch eine in dem Behälter erzeugte Umwälzströmung mit Schergeschwindigkeiten unterhalb 20/s erfolgt.



EP 0 901 810 A2

Beschreibung

[0001] Eine Vielzahl von technischen Prozessen zur Herstellung von feinteiligen kugelförmigen Polymeren oder Mikrokapseln beruht darauf, daß zunächst eine Tröpfchendisersion oder mit einer flüssigen Hülle umgebene Kerne aus feinteiligem, flüssigem oder festem Material erzeugt werden, wobei anschließend durch Zugabe einer weiteren Flüssigkeit, z.B. eines Härters oder einer Säure oder Base zur Änderung des pH-Wertes der Dispersion die Tröpfchen bzw. die die Teilchen umschließende flüssige Hülle gehärtet bzw. stabilisiert wird.

[0002] Dabei besteht das Problem, die Flüssigkeit so schonend in die Tröpfchendisersion einzumischen, daß eine Agglomeration und Koaleszenz der Tröpfchen und damit eine Störung der Tröpfchengrößenverteilung vermieden wird.

[0003] Beispielsweise wird bei dem weit verbreiteten Verfahren zur Mikroverkapselung durch Koazervation bzw. Komplexkoazervation eine Tröpfchendisersion in einer wäßrigen Gelatinelösung bzw. einer wäßrigen Lösung von Gelatine und Gummiarabicum bei im wesentlichen neutralen pH-Wert erzeugt, wobei die Tröpfchen mit einer Gelatineschicht belegt werden. Die Verkapselung erfolgt durch Zugabe eines Copolymeren unter Zusatz einer wäßrigen Lösung einer anorganischen Säure, gegebenenfalls mit anschließender Absenkung der Temperatur der Dispersion. Die so erhaltenen Kapseln sind bereits so stabil, daß sie gewaschen und gegebenenfalls durch Zugabe von Formalin unter pH-Werterhöhung gehärtet werden können. Dagegen ist die Suspension von mit Gelatine belegten Tröpfchen vor der Ansäuerung sehr empfindlich gegen mechanische Beanspruchung. Die Vermischung mit der Säurelösung muß also sehr schonend erfolgen.

[0004] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Vermischung einer Tröpfchendisersion mit einer Flüssigkeit durch Einleiten der Flüssigkeit in einen von der Tröpfchendisersion durchströmten Behälter bereitzustellen, bei dem die Einmischung der Flüssigkeit schonend, d.h. bei möglichst geringer mechanischer Beanspruchung durchgeführt wird.

[0005] Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Flüssigkeit in Form von einer Vielzahl von feinen Flüssigkeitsstrahlen in die Tröpfchendisersion injiziert wird, wobei die Energie der Flüssigkeitsstrahlen in kurzer Entfernung hinter der Injektionsstelle abgebaut wird, und die weitere Vermischung durch eine in dem Behälter erzeugte Umwälzströmung mit Schergeschwindigkeiten unterhalb 20/s erfolgt.

[0006] Vorzugsweise wird die Tröpfchendisersion zur Anregung der Umwälzströmung axial in einen zylindrischen Behälter eingeleitet, wobei die Einleitgeschwindigkeit der Tröpfchendisersion 15- bis 100-mal größer ist als die aufgrund des Durchsatzes durch den zylindrischen Behälter ermittelte mittlere Geschwindigkeit

(„Durchströmgeschwindigkeit“). Hierdurch wird in dem zylindrischen Behälter eine axiale Vorwärtsströmung und eine periphere Rückwärtsströmung mit entsprechender Strömungsumlenkung im Abstand zur Einleitstelle für die Tröpfchendisersion erzeugt, die von den Tröpfchen mehrfach durchlaufen wird. Dabei kann die Durchströmgeschwindigkeit durch den zylindrischen Behälter im Bereich von 0,1 bis 0,5 cm/s betragen. Entsprechend wird die Tröpfchendisersion mit einer Geschwindigkeit von 3 bis 15 cm/s in den zylindrischen Behälter eingeleitet.

[0007] Vorzugsweise ragt die Einleitstelle für die Tröpfchendisersion axial in den zylindrischen Behälter hinein, so daß der zylindrische Behälter rückseitig zur Einleitstelle einen Ringraum aufweist, in dem die Rückströmung in eine Vorwärtsströmung umgelenkt wird.

[0008] Die in die Tröpfchendisersion einzumischende Flüssigkeit wird vorzugsweise durch den Mantel des zylindrischen Behälters in die Rückströmung eingedüst. Vorzugsweise weist der zylindrische Behältermantel in einer Ebene senkrecht zur Behälterachse eine Vielzahl von Düsen auf, durch die die Flüssigkeit eingeleitet wird. Die Einleitgeschwindigkeit für die Flüssigkeit kann typischerweise 1 bis 5 m/s betragen.

[0009] Vorzugsweise erfolgt die Eindüsung der Flüssigkeitsstrahlen mit einer Richtungskomponente entgegen der peripheren Rückströmung der Tröpfchendisersion, so daß die Flüssigkeitsstrahlen in dem die Einleitstelle für die Tröpfchendisersion umgebenden Ringraum eine periphere Vorwärtsströmung erzeugen. Hierdurch wird in dem die Einleitstelle umgebenden Ringraum ein besonders intensiver Stoffaustausch bewirkt. Die durch die Flüssigkeitsstrahlen eingebrachte Impulskomponente parallel zur Behälterachse, kann etwa in der Größenordnung des Impulseintrages durch die Tröpfchendisersion liegen, insbesondere etwa das 1- bis 10-fache des Impulseintrags durch die Tröpfchendisersion betragen.

[0010] In einer weitere bevorzugten Ausführungsform der Erfindung erfolgt die Einleitung der Tröpfchendisersion in den zylindrischen Behälter von unten nach oben, wenn die Tröpfchen ein geringeres spezifisches Gewicht aufweisen als die kontinuierliche Phase. In diesem Falle erfahren die Tröpfchen einen Auftrieb, der dazu führt, daß in dem die Einleitstelle für die Tröpfchendisersion umgebenden Ringraum die Tröpfchenkonzentration verarmt. Entsprechend weist die in dem Ringraum vorhandene periphere Aufwärtsströmung eine reduzierte Tröpfchenkonzentration auf. Dies ist insbesondere dann von Bedeutung, wenn aus Gründen der Wirtschaftlichkeit Tröpfchendisersionen mit sehr hohen Tröpfchenkonzentrationen von 40 bis 60 Vol-% eingesetzt werden. Die Eindüsung der Flüssigkeit erfolgt dann nämlich in eine Tröpfchendisersion mit erheblich reduzierter Tröpfchenkonzentration, so daß das Risiko der Agglomeration von Tröpfchen im Bereich der Eindüsung weiter reduziert wird.

[0011] Entsprechend wird vorzugsweise die Durch-

strömrichtung durch den zylindrischen Behälter von oben nach unten gewählt, wenn die Tröpfchen eine größere Dichte aufweisen, als die kontinuierliche Phase.

[0012] Die Erfindung wird nachfolgend anhand der beigefügten Figuren näher erläutert.

Fig. 1 zeigt eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur kontinuierlichen Vermischung einer Tröpfchendispersion mit einer Flüssigkeit.

Fig. 2 zeigt in vergrößerter Darstellung den Bereich der Einleitung von Tröpfchendispersion und Flüssigkeit mit den dort herrschenden Strömungsverhältnissen.

[0013] Fig. 1 zeigt prinzipiell einen Behälter 1 in Form einer zylindrischen Säule mit einem axial angeordneten Einleitrohr 2 für die Tröpfchendispersion. Die Erzeugung der Tröpfchendispersion kann nach an sich bekannten Verfahren erfolgen. Beispielsweise kann die Tröpfchendispersion durch Eindüsen der die Tröpfchen bildenden Flüssigkeit in eine wäßrige Gelatinelösung erzeugt sein. Auf einer Umfangslinie senkrecht zur Achse 3 des zylindrischen Behälters 1 sind eine Vielzahl von Düsen 4, beispielsweise mit einem Durchmesser von 0,4 mm vorgesehen. Die Zahl der Düsen kann beispielsweise 12 bis 120 betragen. Die Düsen werden aus einem Ringkanal 5 gespeist, in den die Flüssigkeit durch eine oder mehrere Zuleitungen 6 eingeleitet wird. Wie dargestellt, weisen die Düsen 4 schräg nach oben, so daß die eingedüste Flüssigkeit eine Richtungskomponente in Durchströmrichtung des Behälters 1 aufweist. Die Querschnittsfläche des Einleitrohres 2 für die Tröpfchendispersion kann $1/12$ bis $1/45$ der Querschnittsfläche des zylindrischen Behälters 1 betragen. Durch die einströmende Tröpfchendispersion wird der Behälterinhalt zu einer Umwälzströmung mit axialer Vorwärtsströmung 10 und peripherer Rückwärtsströmung 11 angeregt. Je nach Ausdehnung des zylindrischen Behälters 1 in axialer Richtung wird die Umwälzströmung in einer oder mehreren Ebenen 12 umgelenkt. Zur Gewährleistung einer möglichst rotationssymmetrischen Strömungsverteilung weist der Behälter 1 oberhalb der Zeichnung (nicht dargestellt) einen axialen Auslaß mit konischem Übergang zum Auslaßquerschnitt auf Erfindungsgemäß soll die durch die Umlaufströmung bewirkte Schergeschwindigkeit der Tröpfchendispersion unterhalb von 20/s, bevorzugt unterhalb 10/s, liegen. Dabei wird zur Abschätzung der Schergeschwindigkeit die doppelte Einströmgeschwindigkeit der Tröpfchendispersion durch den halben Behälterradius dividiert. Das Einleitrohr 2 für die Tröpfchendispersion ragt mindestens über eine Länge, die dem Radius des Behälters 1 entspricht, in diesen hinein, so daß rückwärtig von der Einleitstelle ein Ringraum 7 gebildet wird, in dem die Rückströmung 11 umgelenkt wird. Wie aus der Zeichnung ersichtlich, sind die Düsen 4 schräg nach oben gerichtet, so daß in dem Ringraum 7 eine periphere Vorwärtsströmung 13 ange-

regt wird. Hierdurch wird einerseits die Rückströmung 11 in dem Ringraum 7 in eine axiale und eine periphere Vorwärtsströmung geteilt, so daß ein intensiver Austausch stattfindet, und andererseits eine zusätzliche Zirkulationsströmung im Ringraum 7 erzeugt, die aufgrund der längeren Verweilzeit und der Dichteunterschiede von Tröpfchen und kontinuierlicher Phase sowie Verdünnung durch die zugeführte Flüssigkeit eine erheblich reduzierte Tröpfchenkonzentration aufweist.

[0014] Fig. 2 zeigt eine vergrößerte Darstellung der Strömungsverhältnisse im Bereich des Ringraumes 7, wobei die strichlierten Linien 21 und 22 die Grenzen zwischen den Strömungsbereichen mit Vorwärtskomponente einerseits und Rückströmungskomponente andererseits angeben.

Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Vermischung einer Tröpfchendispersion mit einer Flüssigkeit durch Einleiten der Flüssigkeit in einen von der Tröpfchendispersion durchströmten Behälter, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit in Form einer Vielzahl feiner Flüssigkeitsstrahlen in die Tröpfchendispersion injiziert wird, so daß die kinetische Energie der Flüssigkeitsstrahlen auf kurze Entfernung von der Injektionsstelle dissipiert und die weitere Vermischung durch eine in dem Behälter erzeugte Umwälzströmung mit Schergeschwindigkeiten unterhalb 20/s erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Tröpfchendispersion axial mit einer Geschwindigkeit, die 15- bis 100-mal größer ist als die Durchströmgeschwindigkeit durch den Behälter, in diesen rückströmungsfrei eingeleitet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeitsstrahlen einen Durchmesser von 0,1 bis 0,8 mm aufweisen.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Maximalgeschwindigkeit der Umwälzströmung 5- bis 20-mal größer ist als die Durchströmgeschwindigkeit.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Umwälzströmung aus einer axialen Strömung in Durchströmrichtung und einer peripheren Rückströmung besteht.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Injektion der Flüssigkeit in einer Ebene, die in bezug auf die Durchströmrichtung etwa in Höhe der Einleitstelle für die Tröpfchendispersion liegt, mit einer Strömungskomponente in Durchströmrichtung erfolgt,

so daß unterhalb der Ebene eine periphere Strömung in Durchströmrichtung erzeugt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchströmrichtung nach oben gerichtet wird, wenn die Tröpfchen spezifisch leichter als das Dispergiermedium sind, bzw. nach unten, wenn die Tröpfchen spezifisch schwerer als das Dispergiermedium sind. 5
8. Vorrichtung zur kontinuierlichen Vermischung einer Flüssigkeit mit einer Tröpfchendispersion enthaltend einen zylindrischen Behälter mit einem zentralen Einlaß für die Tröpfchendispersion und einer Vielzahl von Injektionsdüsen mit geringem Durchmesser, die in einer Schnittebene der Behälterwand senkrecht zur Achse und in Durchströmrichtung etwa in Höhe des Einlasses in den Behälter münden. 10
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, wobei die Injektionsdüsen eine Richtungskomponente in Durchströmrichtung aufweisen und der Einlaß als in den Behälter hineinragendes Einlaßrohr ausgebildet so daß der Behälter rückseitig zur Einlaßstelle einen das Einlaßrohr umgebenden Ringraum aufweist. 15
10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, wobei das Einlaßrohr eine Querschnittsfläche von $1/12$ bis $1/45$ der Behälterquerschnittsfläche aufweist. 20
- 25
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

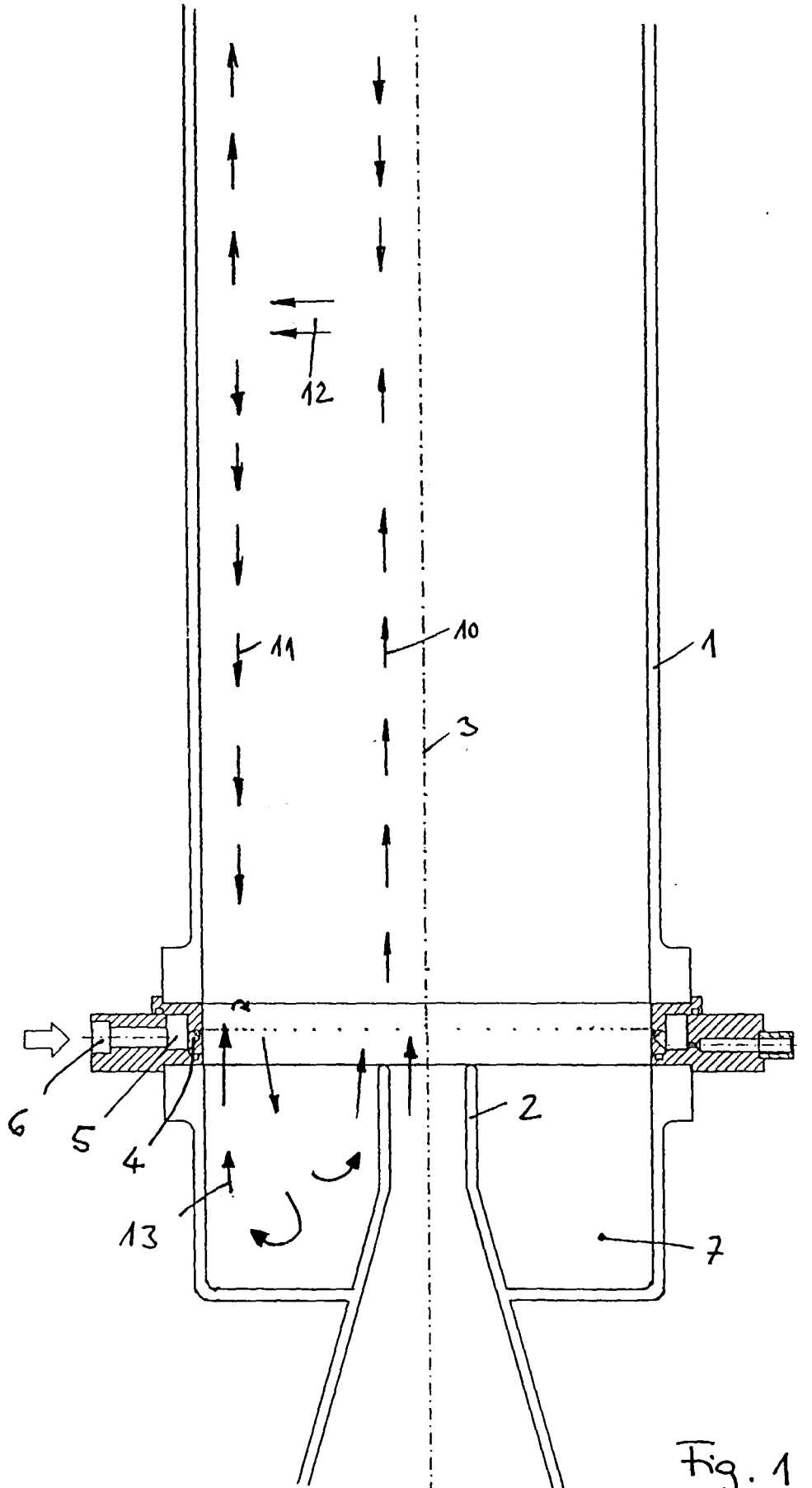


Fig. 1

