



österreichisches
patentamt

(10) **AT 414 101 B 2006-09-15**

(12)

Patentschrift

- (21) Anmeldenummer: A 9218/2000 (51) Int. Cl.⁷: B01F 7/00
EP00/011700 B01F 13/10
- (22) Anmeldetag: 2000-11-24
- (42) Beginn der Patentdauer: 2005-12-15
- (45) Ausgabetag: 2006-09-15

- (30) Priorität:
31.01.2000 DE 10004104 beansprucht.
31.05.2000 JP 2000-3701 beansprucht.
- (56) Entgegenhaltungen:
DE 639769C DE 29608713U
EP 0036067A EP 0760254A

- (73) Patentinhaber:
STELZER C. EKKEHARD DR.
A-4655 VORCHDORF,
OBERÖSTERREICH (AT).

(54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM MISCHEN FLIESSFÄHIGER STOFFE

- (57) Es wird ein zweistufiges Dispergier-Verfahren vorgeschlagen, bei dem von einem aus einem Behälter (F) kommenden Hauptstrom (R I) eines Reagenz I ein Teilstrom (R I') abgezweigt und diesem ein Zustrom (P) eines Reagenz II zugeführt wird, wobei aus dem Teilstrom (R I') und dem Zustrom (P) in einer Vormischkammer (60) eines Rotor/Stator-Systems (40, 50) unter zyklischem Druck-Auf- und -abbau ein Gemisch ($G = R I' + P$) erzeugt wird, wobei Reagenz I bei hohem Druck in die Vormischkammer (60) gefördert und Reagenz II bei niedrigem Druck unter Verwirbelung mit dem Reagenz II gleichmäßig dispergiert wird, und wobei durch Zuführung des Gemisches ($G = R I' + P$) zu dem Resthauptstrom (R I'') ein Austritts- oder Endstrom (E) entsteht.

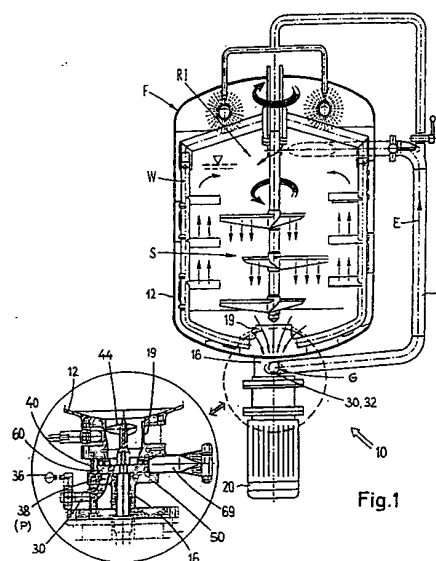


Fig.1

AT 414 101 B 2006-09-15

DVR 0078018

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Mischen fließfähiger Stoffe, insbesondere durch Dispergieren und Emulgieren. Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Homogenisieren von Stoffen, z.B. pastösen Massen, und/oder zur Erzeugung von Emulsionen mit Tröpfchengrößen im μm -Bereich, umfaßt einen an oder in einem Behälter angeordneten Dispergierer mit wenigstens einem Rotor/Stator-System nahe dem Behälterboden, einen Produktzufluß von oben und gegebenenfalls wenigstens ein in diesem oberen Bereich angeordnetes Förderorgan.

In der Verfahrenstechnik geht man zum Erzeugen gewünschter Endprodukte allgemein von rezepturmäßigen Mengenverhältnissen aus. Beispielsweise für die Vermischung pastöser Massen und Emulsionen, insbesondere mit Tröpfchengrößen im μm -Bereich, kann es aber von Vorteil sein, wenn zwei oder mehr Reagenzien im rührtechnischen Prozeß in anderen Mengenverhältnissen zusammengebracht werden, um das Zustandekommen des gewünschten Produktes hinsichtlich Mischzeit, Gesamtmenge und Temperatur zu optimieren. Vor allem wenn eine große Menge eines ersten Reagenz mit einer kleineren Menge eines zweiten Reagenz vereinigt werden soll, können thermodynamische und Strömungs-Vorgänge eine abweichende Verfahrensführung zweckmäßig oder sogar notwendig machen.

Zu den Gründen für abweichende Mengen-Ansätze nennt DE 20 04 143 A1, daß bei der Herstellung von Suspensionen bzw. Emulsionen mit kleinen Teilchengrößen eine kurze Verweilzeit erforderlich ist, um eine sogenannte Oswald-Reifung zu verhindern, d.h. das Wachsen großer Teilchen auf Kosten der kleineren infolge von Umlöse-Prozessen. Beim Kristallwachstum wird durch Zugeben einer Phase eine Übersättigung erzielt, welche die Keimzahl je Volumeneinheit mitbestimmt; nach Beginn der Keimbildung trägt die Zugabe weiterer Lösungen vorwiegend zum Wachstum der bereits gebildeten Keime bzw. Kristalle bei, was die Anzahl der insgesamt entstehenden Mikroeinheiten herabsetzt. Hieraus wird in der genannten Druckschrift und ähnlich in US 2 641 453 A die technische Lehre abgeleitet, zwei Phasen über eine koaxiale Rohrstrecke zusammenzuführen. Dabei tritt allerdings unvermeidlich eine Temperatur-Angleichung ein. Ein solcher Wärmeaustausch vor der Vermischung kann aber für manche Prozesse höchst unerwünscht sein.

Eine Vorrichtung gemäß DE 639 769 C sieht einen Behälter vor, in dem Mischgut zirkuliert und als aufwärtsgerichteter Strom gegen Prallflächen geschleudert wird. Schwereres Grobmaterial wird vom Behälterboden aufwärts in eine Rotor-/Stator-Anordnung gedrückt und darin mit von oben herabströmendem Leichtmaterial vermischt, zerkleinert und ausgebracht. In der Rotor-/Stator-Anordnung befindet sich eine Schleuderscheibe, die einerseits mit radialen oder spiraligen Schaufeln sowie gegenseits mit Stiften, Zähnen u.dgl. besetzt ist, um eine waagrechte Achse rotiert und von einem Deckel abgedeckt ist, der einen Einlaufkanal definiert. Der Mischbetrieb erfordert unterschiedliche Strömungsrichtungen und -geschwindigkeiten.

Letzteres ist nicht der Fall bei einer Dispergiereinrichtung nach DE 296 08 713 U1, die eine spezielles Rotor-/Stator-System mit verstellbarem Spalt aufweist, durch den das Schervolumen und die Scherkräfte bedarfsweise eingestellt werden können.

Ein in EP 0 036 067 A2 beschriebener Homogenisator ist auf zweierlei Weise verwendbar, wobei zur Umschaltung zwischen Inline- und Umlaufbetrieb ein axial verstellbarer Steuerring dient, der als Schieber wirkt und jeweils einen Kanal schließt, während er einen zweiten öffnet. Das Mischgut wird von der Behältermitte her einem Rotor-/Stator-System zu- und von dort nach außen abgeführt.

Analog findet bei einer Vorrichtung gemäß EP 0 760 254 A1 ein zentraler Zustrom in eine Rotor-/Stator-Anordnung statt, die am Stator einen federbelasteten Dichtring hat, welcher einen Ring-Auslaßkanal druckabhängig verschließt oder freigibt.

Mit den vorgenannten Techniken können zwei oder mehr fließfähige Stoffe, die einem Ro-

tor-/Stator-System zentral zugeführt werden, darin vermischt und zerkleinert ausgestoßen werden. Jede Nachbearbeitung zwecks größerer Feinheit des Mischgutes bedingt jedoch beachtlichen apparativen und Zeit-Aufwand.

5 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, auf wirtschaftliche Weise eine rührtechnisch optimale Vermischung gerade auch solcher Reagenzien zu erzielen, die zumindest anfänglich zustandshalber unterschiedlich temperiert sein müssen oder überhaupt unterschiedliches Temperaturverhalten aufweisen. Dazu wird eine Weiterentwicklung an sich bekannter Mischverfahren in Verbindung mit Dispergierern angestrebt, die insbesondere über eine koaxial verzahnte
10 Rotor/Stator-Anordnung verfügen. Im Betrieb dauerhaft zuverlässige Produktionsmittel sollen in der Konstruktion möglichst einfach, mit minimalem Aufwand herstell- und montierbar sowie bequem und störungsfrei benutzbar sein, und zwar ohne Einbußen an Produktqualität. Im Hinblick auf Umweltschutz wie zur Kostenersparnis ist der Energieverbrauch zu minimieren, sowohl im Chargenbetrieb als auch generell im kontinuierlichen Prozeß.

15 Hauptmerkmale der Erfindung sind in den Ansprüchen 1 und 9 angegeben. Ausgestaltungen sind Gegenstand der Ansprüche 2 bis 8 sowie 10 bis 18.

Die Erfindung betrifft laut Anspruch 1 ein zweistufiges Dispergier-Verfahren, bei dem von einem
20 aus einem Behälter kommenden Hauptstrom eines Reagenz I ein Teilstrom abgezweigt und diesem ein Zustrom eines Reagenz II zugeführt wird, wobei aus dem Teilstrom und dem Zustrom in einer Vormischkammer eines Rotor/Stator-Systems unter zyklischem Druck-Auf- und -abbau ein Gemisch erzeugt wird, wobei Reagenz^I bei hohem Druck in die Vormischkammer
25 gefördert und Reagenz^{II} bei niedrigem Druck unter Verwirbelung mit dem Reagenz^{II} gleichmäßig dispergiert wird, und wobei durch Zuführung des Gemisches zu dem Resthauptstrom ein Austritts- oder Endstrom entsteht.

Dieses Verfahren ist außerordentlich ökonomisch und hochwirksam. Mengenmäßig kleine Teilströme lassen sich leicht und mit sehr geringer Trägheit nach Bedarf einstellen, am einfachsten mittels einer Dosierpumpe. Die Teilstrom-Technik bietet darüber hinaus den Vorteil,
30 daß die Konzentration des Zugabe-Reagenz nur das auf den Teilstrom bezogene Mengenverhältnis haben muß. Das gilt auch für die sonst nicht selten schwierige Phasenemulsions-Emulgierung im Heiß/Kalt-Verfahren, namentlich zum Homogenisieren von z.B. pastösen Massen und/oder zum Erzeugen von Emulsionen mit Tröpfchengrößen im µm-Bereich, unter Verwendung eines in oder an einem Behälter angeordneten Dispergierers mit wenigstens einem
35 Rotor/Stator-System nahe dem Behälterboden und gegebenenfalls mit Förderorganen für den Trägersubstanzstrom.

In überaus schnellem Durchsatz erreicht man eine gleichförmige Verteilung selbst bei problematischen Produkten, indem man die Vermischung durch Druckpulsation in einem Ring- oder Auslaßkanal intensiviert. Mit zyklischem Druckaufbau und -abbau in der Vorkammer und insbesondere auch durch Dosierung der Teilströme und gegebenenfalls durch Drehzahl-Veränderung des Dispergierers kann man die Volumen- und Druckbedingungen steuern. So lassen sich Reagenzien mit unterschiedlichen Temperaturen und in unterschiedlicher Konzentration gut verarbeiten.
45

Man kann dazu an sich bekannte Dispergierer mit einem koaxial ineinandergeschachtelten Rotor/Stator-System verwenden, in welchem Scherkräfte zwischen dicht benachbarten konzentrischen Zahnkörben, von denen zumindest einer rotierend angetrieben wird, hindurchtretendes
50 Mischgut homogenisieren, das durch periodisch fluchtende Kanäle abgefördert wird. Je nach deren Geometrie und Bemessung treten am Scherspalt unterschiedliche Geschwindigkeits-Komponenten und Verwirbelungen auf. Geeignet ist aber auch eine Kaskaden-Anordnung zweier Dispergiereinrichtungen mit unterschiedlichem Arbeitsvolumen, sofern der Durchsatz in der Vormischkammer des zweiten Dispergierers steuerbar ist.

55

Zyklische Druckunterschiede unterstützen an einem derartigen Dispergierer die rasche und gleichmäßige Verteilung der Reagenzien, wobei in Phasen hohen Drucks jeweils ein Reagenz (I) in die Vormischkammer gefördert wird, das in jeweils anschließenden Phasen niedrigeren Drucks mit dem Reagenz (II, P) unter Verwirbelung in der Vorkammer gleichmäßig dispergiert. Die Vermischung geht daher verfahrenstechnisch optimal vor sich, unabhängig von für das Endprodukt einzustellenden Mengenverhältnissen. In der Vormischkammer findet dank extrem kurzer Verweildauer von z.B. nur 5 ms lediglich ein minimaler Wärmeaustausch statt, so daß sich ein heiß zugeführtes Reagenz (II, P) sehr wenig abkühlt, während es mit dem ersten Reagenz (I) durchaus intensiv vermischt wird.

Ein wichtiges Merkmal der Erfindung besteht darin, daß die einzelnen Ströme unterschiedliche Energiedichten erhalten, was zu optimaler Dispergierung und Emulsionsbildung mit kleinstmöglichen Partikel- bzw. Tröpfchengrößen wesentlich beiträgt. Speziell kann das Gemisch aus dem Abzweigstrom und dem Zustrom in der Vormischkammer eine Energiedichte erhalten, die erheblich - z.B. um wenigstens eine Größenordnung - höher ist als die Energiedichte im Hauptstrom. Sofern man etwa zum Herbeiführen einer gewünschten chemischen Reaktion ohne Einbringung hoher spezifischer Energien arbeitet, erzielt man immerhin eine starke Vergleichmäßigung, die diesen Vorgang unterstützt. Beispielsweise lassen sich Feinheiten unter $0,5\ \mu\text{m}$ ohne weiteres erzielen. Bei Nicht-Newtonschen Flüssigkeiten findet durch die Energieerhöhung beim Einströmen in die Vormischkammer im allgemeinen eine Viskositätsverminderung statt, welche die Vermischung mit niedrigviskosen Substanzen erheblich verbessert. Die Energiedichte und Verweildauer im Abzweig- bzw. Teilstrom, d.h. der volumen- und zeitbezogene Energie-Eintrag ist insbesondere durch solche Einstellung veränderbar, daß eine zu einem Emulsions-Umschlag führende kritische Energiedichte nicht erreicht wird, was beispielsweise für die Herstellung von Mayonnaisen, Dressing-Saucen usw. sehr wichtig ist.

Bei Verwendung einer separaten Dispergiereinrichtung wird diese kontinuierlich nur mit demjenigen Teil ($R\ I'$) des Hauptstromes ($R\ I$) beschickt, dem in der Vormischkammer das Reagenz II in der dem Gesamtstrom entsprechenden Menge (P) dosiert zugeführt wird, wodurch man im Auslaßstrom der Dispergiereinrichtung eine Überkonzentration von Reagenz II erreicht, worauf das überkonzentrierte Gemisch ($G = R\ I' + P$) in einem klein dimensionierbaren Hochdruck-Homogenisator verarbeitet und mit dem Hauptstromrest $R\ I''$ nachvermischt wird. Im Vergleich zum Stand der Technik ist der erforderliche Aufwand so deutlich vermindert. Dennoch erzielt man hochwertige Endprodukte auf überaus effiziente Weise.

Die Temperatur und das Mengenverhältnis des Gemisches ($G = R\ I' + P$) wird bevorzugt in einem Vermischungsbereich (in der Vormischkammer) ohne wesentliche Scherbeanspruchung eingestellt wird, worauf sich ein durch das Rotor/Stator-System gegebener Bereich höchster Scherung anschließt, insbesondere an der langen Zahnkante des Rotors. Das derart justierte Teilstrom-Verfahren geht weit über die herkömmliche Technik hinaus. Aus den Reagenzien kann durch unterschiedliche Geschwindigkeiten und unterschiedliche statische Drücke in der Vormischkammer ein Phasengemisch erzeugt wird, wobei eine Phase I direkt in letztere gefördert wird und eine Phase II durch Pulsation infolge zyklischer Druckunterschiede über Einlaßkanäle in die Vormischkammer gelangt.

Überaus vorteilhaft ist die zweistufige Gestaltung des Verfahrens unter Erzeugung definierter Einzelströme ($R\ I'$, $R\ I''$, P, G) derart, daß in einem ersten Prozeßschritt aus einer Reagenz- oder Wachslösung ein Vorprodukt (P) erzeugt und dieses in einem zweiten Prozeßschritt dem Trägersubstanz-Teilstrom ($R\ I'$) oder dem Rest(haupt)strom ($R\ I''$) hinzugefügt wird. Der Terminus Wachs steht hierbei [wie überhaupt im Rahmen der vorliegenden Erfindung] für alle Stoffe, die bei Raumtemperatur fest und bei erhöhter Temperatur flüssig bzw. fließfähig sind, z.B. auch Fette, Paraffine, Ester u.dgl. Ein großer Vorteil der neuartigen Verfahrensführung besteht darin, daß die Trägersubstanz nicht auf Wachs-Schmelztemperatur gebracht werden muß, sondern Raumtemperatur behalten kann. Das entstehende Produkt hat dennoch sehr hohen Homogenitätsgrad, weil sich die Tröpfchengröße durch Einstellung der Energiedichte erzeugnisgerecht

steuern läßt; es erfüllt daher alle Qualitäts-Anforderungen.

In einer Weiterbildung wird ein heißer Reagenzstrom (Zustrom) im ersten Prozeßschritt mit einem vom Hauptstrom der kalten Trägersubstanz dosiert abgezweigten Teilstrom vereinigt und
5 - unter Einbringung der für die Tröpfchengröße notwendigen Energie - dispergiert, worauf das Gemisch im zweiten Prozeßschritt mit dem restlichen Trägersubstanz-Teilstrom zur Erzeugung des Endprodukts nachvermischt wird. Das kann vorteilhaft derart ausgestaltet werden, daß man den unterhalb der Rotor/Stator-Anordnung heiß zugeführten Reagenzstrom (Zustrom P) in der
10 Vormischkammer mit dem Trägersubstanz-Teilstrom (R I') dispergiert, worauf das entstandene Gemisch ($G = R I' + P$) über eine Rückführung mit dem von oben zufließenden Hauptstrom R I verdünnt und zu einem Endstrom E sozusagen selbstdosierend nachvermischt wird, z.B. indem man in der Vormischkammer eine Trombe erzeugt, deren Unterdruck zur Dosierung des Reagenz-Zustroms beiträgt.

15 Die Optimierung des Volumenverhältnisses von Trägersubstanz-Teilstrom zu Vorprodukt-Zustrom verringert die Anzahl der Produktumläufe erheblich; schon nach einem Umlauf kann die gewünschte Konzentration von Reagenz II in Reagenz I erreicht sein. Beispielsweise ist eine Verarbeitungszeit von nur 15 min für 2.000 kg Creme ohne weiteres erzielbar. Eine Agglomeratbildung wie bei der Oswald-Reifung tritt hier nicht ein, weil die zum Aufnehmen der
20 Wachs-Zugabe benötigte Emulsionsmenge gering ist und eine merkliche Abkühlung somit vermieden wird. Das Wachs kann bei hoher Energiedichte in die Trägersubstanz ohne Schlierenbildung eingearbeitet werden. Die Partikel-Feinheit wird maßgeblich durch das Rotor/Stator-System unterstützt, in welchem die Zunahme der Oberflächenenergie aufgebracht bzw. um ein Vielfaches überschritten wird. Bei der dann erfolgenden schockartigen Abkühlung an dem großen
25 Volumen des Hauptstromes der kalten Trägersubstanz härten die Wachspartikel aus, was eine sekundäre Agglomeratbildung verhindert. Man erzielt so eine homogene Teilchengrößen-Verteilung und dadurch ein wesentlich verbessertes Produktverhalten. Bei Schnelllauf des Rotors können im Rotor/Stator-System Umfangsgeschwindigkeiten oberhalb 20 m/s auftreten, so daß das in der Vormischkammer vorhandene Medium dank starker Zentrifugalbeschleunigung
30 kräftig durch den Dispergierer hindurch nach außen gepreßt wird, wodurch die Teilchen-Oberflächenenergie zunimmt.

Die Vermischung der Einzelströme kann durch Steuerung der statischen Drücke unterstützt werden, wobei insbesondere im Zustrom ein statischer Druck erzeugt wird, der denjenigen des
35 Hauptstroms übersteigt. Das läßt sich überraschend gut dadurch erzielen, daß die Vormischkammer den unteren und radial äußeren Teilen des Rotors zugeordnet und das Vorprodukt von dort zunächst nach außen umgelenkt wird, ehe man es an der Stator-Oberseite beschleunigt und dem radial weiter innen fließenden Haupt- bzw. Reststrom zuführt. Der Druck im Hauptraum ist durch Bemessung und Wahl des Verhältnisses der Einlaß/Auslaß-Querschnitte ein-
40 stellbar.

Im Gegensatz zu den bekannten Dispergiersystemen, bei denen Vermischung und Scherung gleichzeitig im Bereich des größten Schergradienten durchgeführt werden, trennt das vorliegende Verfahren Vermischung und Scherung sowohl zeitlich als auch örtlich. Hat man ein
45 homogenes Phasengemisch in der Vormischkammer, so kann eine optimale Emulsion erzeugt werden. Das durch das Rotor/Stator-System hindurchgetretene Produkt läßt sich als Austrittsstrom in einen anderen Behälter fördern, in welchem das Produkt homogen gehalten wird, z.B. mittels eines langsamlaufenden Rührwerks. Dies spart Energie und wirkt der Oswald-Reifung weiter entgegen.

50 Für den Fall, daß man für das Endprodukt Pulverbestandteile benötigt, sind diese dem Hauptstrom zumischbar, so daß sie mit großer Geschwindigkeit im Materialstrom aufgenommen und rasch verwirbelt werden.

55 Die Erfindung bezieht sich ferner auf eine Vorrichtung, die zum Homogenisieren von Stoffen,

z. B. pastösen Massen, und/oder zur Erzeugung von Emulsionen mit Tröpfchengrößen im μm -Bereich dient und einen Dispergierer an oder in einem Behälter mit wenigstens einem Rotor-Stator-System nahe dem Behälterboden aufweist, mit einem Produktzufluß an der Oberseite und gegebenenfalls mit wenigstens einem in diesem oberen Bereich angeordneten Förderorgan. Gemäß dem unabhängigen Anspruch 9 mündet eine Zuführung für ein insbesondere heißes Reagenz II in eine Vormischkammer unterhalb des Rotors mündet, wobei die Vormischkammer an der Unterseite des Rotor-Stator-Systems über einen Auslaßkanal mit einem Hauptraum strömungsverbunden ist, was dadurch sehr wenig Platz erfordert. Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist zudem energetisch überaus vorteilhaft. Sie stellt eine wesentliche Weiterentwicklung von Einrichtungen beispielsweise gemäß DE 296 08 712 U1 dar, die Stator- und/oder Rotoransätze mit - in Querschnitt oder Abwicklung gesehen - Trapezform oder trapezförmiger Gestalt haben, also Keilstrukturen, die den Strömungsverlauf aufgrund unterschiedlicher Flächenanteile und Abreißkanten maßgeblich beeinflussen. Auch gegenüber einer Dispergiereinrichtung laut DE 296 08 713 U1, die durch Verstellung des Axialabstandes zwischen Stator und Rotor überproportionale Änderungen des Scherspaltvolumens herbeiführt, erzielt die Erfindung mit dem Einbau einer Vormischkammer eine beträchtliche Beschleunigung des Dispergierens.

Die Vormischkammer ist bevorzugt im äußeren Bereich des Rotors zwischen seiner Unterseite und der begrenzenden Gehäusesseite angeordnet bzw. ausgebildet, namentlich derart, daß sie vom Zentrum der Rotorunterseite bis zu einem Vormischkammer-Auslaß reicht. Bei minimalem Platzbedarf ist diese Vorkammer auf diese Weise optimal am Rotor/Stator-System untergebracht. Der äußere Statorring kann aus dem Hauptraum nach unten ragende Statorzähne aufweisen, die den Rotor-Umfang mit Minimalabstand berührungslos übergreifen und bis an einen der Rotor-Unterseite zentrisch gegenüberstehenden Bodenflansch reichen. Diese Ausbildung bewirkt die Erzeugung eines erhöhten statischen Drucks in der Vormischkammer oder trägt zumindest dazu bei. Letztere ist auf ein kleines Volumen begrenzt, worin eine intensive Vor-dispergierung - etwa von zugeführtem Heißreagenz - ohne störende Abkühlung vor sich geht.

Vorteilhaft mündet eine Zuführleitung in einen z.B. schrägen Einlaßkanal, der als bodenparalleler Radialkanal in den Bodenflansch integriert ist, namentlich gegenüber der äußeren Rotor-Unterseite. Ferner kann der Rotor an seiner Oberseite maximalen Durchmesser bzw. Umfang haben und von einer Außenfläche mit einer Umfangskante oder -rundung aus zur Rotor-Unterseite hin einspringen, während die Rotor-Oberseite eben oder konkav gestaltet ist.

Eine sehr intensive Radialförderung des Mediums wird bewirkt, wenn an der Rotor-Unterseite ein Umlenkkörper von einem Flachkonus gebildet ist, der bis zum Bereich der Vormischkammer reicht und der wenigstens eine konusförmige oder konkave Außenfläche mit steilerem Konus- bzw. Zentriwinkel hat, wobei der Übergang zwischen benachbarten Umlenkflächen bevorzugt als scharfe Abreißkante gestaltet ist, um eine zusätzliche Verwirbelung zu erzielen. So können wenigstens zwei stumpfwinkelig aneinander anschließende Kegel- und/oder Wölbflächen eine Stufenfläche der Rotornabe peripher einschließen und nach außen steiler werdende Winkel haben. Diese Umlenkflächen leiten den Teilstrom besonders effektiv in den Hauptraum über. Die kräftige Zentrifugalströmung am äußeren Statorring hat bereits eine achsparallele Komponente, die den Teilstrom-Eintritt in den Hauptraum höchst wirksam unterstützt.

Bevorzugt ist ein Stator mit einer Haube vorhanden, die außerhalb des äußeren Statorringes eine Umlenkkammer begrenzt, welche nahe dem Bodenflansch mit über den Umfang verteilten Auslaß-Öffnungen versehen ist, wobei das Förderorgan unmittelbar über dem zentrisch in der Haube ausgebildeten Einlaß nahe dem Rotor sitzt. Diese extrem kompakte Anordnung ist direkt an einen Behälterboden anflanschbar und gewährleistet durch Rezirkulation auf engem Raum einen hohen Homogenisierungsgrad.

Dispergierer werden typisch mit sehr engen Toleranzen gefertigt und präzise montiert. Namentlich in Anbetracht der geringen Minimal-Abstände im axial verstellbaren Rotor/Stator-System, die bei bis zu 0,1 mm liegen können, ist ein als Hohlwellen-Motor ausgebildeter Antrieb überaus

zweckmäßig, der an dem Bodenflansch und an einem dazu rechtwinkligen Tragflansch gelagert ist. Damit die in die Hohlwelle kraftschlüssig eingesteckte Antriebswelle im Betrieb dimensionsstabil bleibt, ist die Rotorwelle bevorzugt durch Anschläge und Tellerfedern innerhalb einer Gleitringdichtung axial so abgestützt, daß eine Längenausdehnung der Hohlwelle und damit der Antriebswelle nur in Richtung weg vom Bodenflansch möglich ist. Dadurch werden auf überraschend einfache Weise Wärme-Einwirkungen zuverlässig kompensiert, die vom darunterliegenden Motor herrühren. Obwohl die Temperaturen der Antriebswelle im Dauerbetrieb beispielsweise bis zu 120 °C erreichen können, finden infolgedessen am darüber befindlichen Dispergierer praktisch keine Wärmedehnungen statt; vielmehr treten bei Erwärmung unvermeidliche Längenausdehnungen der Motorhohlwelle allein in der Richtung auf, die von der Dispergiereinrichtung wegführt. Daher hat man dank gleichbleibend enger Spalte am Rotor/Stator-System dauernd optimale Scherwirkung. Zur Einstellung eines Pulsationseffekts ist die Druckverteilung im Dispergierer auslaßseitig steuerbar, vorzugsweise durch Wahl des Strömungsweges und der Strömungsstrecke bzw. des Umschlingungswinkels im Auslaßkanal hinter dem Auslaßstutzen oder durch die Flächenbemessung und die Anordnung der Auslaß-Öffnungen, so daß man sich an spezielle Betriebsbedingungen auf relativ einfache Weise anpassen kann.

Ein an den Behälterboden anflanschbarer Aufsatz hat ein das Förderorgan umschließendes Einlaufrohr, wodurch das Medium besonders kräftig angesaugt wird. Von einem Auslaßstutzen geht eine Leitung ab, die z.B. über ein Ventil schaltbar ist und an bzw. in den Oberteil des Behälters zurückführt, gewünschtenfalls mit solchem Tangentenwinkel, daß eine vom Rühr- bzw. Förderorgan erzeugte Produktrotation abgebremst wird. Man vermeidet Lufteinschlüsse, wenn die Leitung unterhalb des im Behälter minimal vorhandenen Produktpegels zurückgeführt wird. Die Rückführleitung kann zumindest streckenweise außerhalb des Behälters, der in einer Laborausführung z.B. 16 l und industriell z.B. 10.000 l fassen kann, installiert und nach Bedarf temperiert werden. Bei hohen Dispergierleistungen, etwa im Bereich von 30 bis 50 kW, ist die neuartige Möglichkeit einer externen Kühlung von großem Vorteil.

Eine weitere Reduzierung der Tröpfchengrößen erzielt man dadurch, daß eine oder beide Stufen des Dispergierers mit Ultraschall beaufschlagbar sind, für die der Rotor einen intermittierenden Reflektor bildet. Die neben den Statorzähnen vorbeitrotzenden Rotorzähne bewirken so eine intermittierend-fortlaufende Vergleichmäßigung im Produkt.

Bedeutsam ist die Möglichkeit, das Durchlaßvolumen im Bereich der Vormischkammer oder deren Volumen selbst einstellen- bzw. verändern zu können, namentlich durch Änderung der Rotorform und/oder der Statorform bei unveränderter Scherkantenlänge. Ändert man die Statoröffnungen in der zweiten Stufe (bei sonst gleicher Vorrichtung), so wird der Schergradient und damit die volumenbezogene Energie beeinflusst, während die Scherkante der die Vormischkammer begrenzenden Statorzähne gleichbleibt. Zwecks Beeinflussung von Teilstrom-Energiedichte und Verweildauer kann umgekehrt die Scherkantenlänge bei unverändertem Vormischkammer-Volumen einstell- bzw. veränderbar sein. Mit relativ einfachen apparativen Mitteln läßt sich so eine optimale Anpassung der Verfahrensführung an die jeweils gestellte Mischaufgabe erreichen.

Alternativ zu den vorgenannten integrierten Bauformen kann die Erfindung als separat anbaubare Vordispergierstufe gestaltet sein, speziell zum wirtschaftlichen Nachrüsten existenter Homogenisier- bzw. Dispergier-Anlagen. Eine solche Dispergiereinrichtung wird kontinuierlich nur mit demjenigen Teil R I' des Hauptstromes beschickt, dem in der Vormischkammer das Reagenz II in dem Gesamtstrom R I entsprechender Menge dosiert zugeführt wird, wodurch man eine Überkonzentration von Reagenz II im Auslaßstrom der Dispergiereinrichtung erreicht. Das überkonzentrierte Gemisch kann durch einen erheblich kleiner dimensionierten Hochdruckhomogenisator verarbeitet und dann mit dem Resthauptstrom R II nachvermischt werden.

Weitere Merkmale, Einzelheiten und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus dem Wortlaut der Ansprüche sowie aus der folgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen anhand der

Zeichnungen. Darin zeigen:

- Fig. 1 ein schematisierter Prozessbehälter in Axialschnittansicht mit einer angeflanschten Dispergiereinrichtung, nebst Teilausschnitt entsprechend dem Oberteil von Fig. 6,
- Fig. 2 ein Strömungs-Fließbild,
- Fig. 3 eine Teil-Schnittansicht einer Rotor/Stator-Anordnung mit einer Vormischkammer,
- Fig. 4 einen vergrößerten Ausschnitt entsprechend dem Bereich IV in Fig. 3,
- Fig. 5 eine Axialschnittansicht eines Homogenisators mit schematisch angedeutetem Antrieb,
- Fig. 6 eine Axialschnittansicht eines ähnlichen Homogenisators mit einem Aufsatz,
- Fig. 7a, 7b, 7c Axialschnittansichten verschieden ausgebildeter Teile eines Aufsatzes nach Fig. 6, teilweise in auseinandergezogener Darstellung (Fig. 7a),
- Fig. 8a, 8b je eine Draufsicht bzw. Seitenansicht, teilweise im Schnitt, von Statorringen,
- Fig. 9a, 9b je eine Draufsicht bzw. Seitenansicht, teilweise im Schnitt, von Statorringen,
- Fig. 10a, 10b Seitenansichten einer Antriebswelle sowie einer mit ihr kuppelbaren Rührwelle und
- Fig. 11a, 11b, 11c je eine Draufsicht bzw. Seitenansicht eines Rotors und eines Ansatzes.

Fig. 1 zeigt in schematisierter Übersicht eine Mischanlage, die einen Behälter F mit eingebautem Rührwerk S und mit einem dazu gegenläufig antreibbaren Balkenrührer W aufweist, der am unteren Ende ein Einlaufrohr 19 hat. Dieses steht einem Bodenflansch 14 (Fig. 6) gegenüber, mit dem ein Rohrstutzen 16 eines Dispergierers 10 am Gehäuse 12 eines Behälters F angebracht ist, wofür Fig. 5 und 6 verschiedene Beispiele bieten. Eine Zuführleitung 30 mit Anschluß 32 mündet mit einem Einlaß 38 (Fig. 3) an dem Bodenflansch 14. Der Dispergierer 10 ist durch eine Rückführ- oder Rezirkulationsleitung Z mit dem oberen Teil des Behälters F verbunden, in dessen Deckel ein absperrbares Drucksystem mit Sprüchköpfen ragt, das zur periodischen Reinigung vorgesehen ist. Der Dispergierer kann alternativ auch in der Ausführung gemäß Fig. 5 ohne Rezirkulationsleitung eingesetzt werden.

Aus Fig. 2 ist der typische Verfahrens-Ablauf ersichtlich. In einem (hier weggelassenen) Behälter F hält man entsprechend der Rezeptur eine Trägersubstanz (Reagenz I) bereit. Ein (ebenfalls nicht gezeichneter) Vorlagebehälter liefert ein Zugabemittel (Reagenz II), beispielsweise ein heißes Wachs. Der Vorlagebehälter ist über eine Dosiereinrichtung mit dem Zulauf 30 zu einer Vormischkammer 60 der Dispergiereinrichtung 10 verbunden. Im Behälter F wird - falls vorhanden - das Rührwerk S gestartet und dann der Dispergierer 10 in Lauf gesetzt. Nun strömt Reagenz I durch die Dispergiereinrichtung 10 und über die Rezirkulationsleitung Z (oder direkt) wieder in den Behälter F. Die Dosiereinrichtung am Vorlagebehälter wird eingeschaltet, so daß Reagenz II als Zustrom P in die Vormischkammer 60 des Dispergierers 10 gelangt und sich darin mit einem Teilstrom R I' von Reagenz I in äußerst kurzer Zeit vermenngt.

Die Komponenten R I' + P werden in der Vormischkammer 60 innig dispergiert, wobei sich je nach gewählten Verfahrensbedingungen eine Fein- bis Feinstverteilung ergibt. Das entstandene Gemisch $G = R I + P$ vereinigt und vermischt sich aufgrund der statischen Druckdifferenzen und der Geometrie der Vormischkammer 60 mit dem Resthauptstrom R I'' von Reagenz I der Dispergiereinrichtung 10. Dieses Produkt III, bestehend aus dem mit Reagenz II angereicherten Reagenz I, wird als Endstrom E in den Behälter F zurückgeführt. Es ist oft bereits das Fertigprodukt. Seine Umläufe über die Dispergiereinrichtung 10 werden solange fortgesetzt, bis das Produkt III die Rezeptur-Konzentration von Reagenz II in Reagenz I hat. Meist ist die Zugabe eines Emulgators nicht oder nur in kleiner Dosierung notwendig.

Versuche haben ergeben, daß auch andere rezepturgebundene Substanzen in geringerer Menge verarbeitet werden können. Aus Fig. 3 und 4 gehen Einzelheiten des Mischbereichs und der Vorkammer 60 hervor, die in Verbindung mit der nachfolgenden Erläuterung des Grund-Aufbaus anhand von Fig. 5 und 6 deutlich werden.

5 Eine Rotorwelle 24 durchsetzt ein Einlaufrohr 19. Sie hat am unteren Ende eine Ausnehmung 27, mit der sie über einen Kupplungsansatz 25 mit der Welle 22 (Fig. 10a, 10b) eines an einem Tragflansch 18 befestigten Antriebsmotors 20 verbunden ist. Nur gestrichelt sind in Fig. 5 und 6 die Umrisse des - bei hoher Leistung recht schweren - Motors 20 angedeutet, ebenso (rechts) 10 ein seitlicher Klemmkasten für (nicht dargestellte) elektrische Anschlüsse. Die Motorwelle 22 hat am oberen Ende als zweites Lager ein Konuslager 23 zur Stabilisierung der Rotorwelle 24, die sich über Tellerfedern 13 mit einem Festlager am Bodenflansch 14 und mit einem Loselager am Tragflansch 18 abstützt, der den Rohrstutzen 16 haltet und zusätzlich durch Distanzbolzen 28 am Bodenflansch 14 abgestützt ist. Die Abdichtung zum Behälter erfolgt mittels einer Gleitring- 15 dichtung 26.

Die Rotorwelle 24 trägt die Nabe 51 eines Rotors 50 und ist am freien Ende darüber mit einer Rührwelle 43 drehfest verbunden, die ein Rührorgan 44 in Form eines Propellers haltet. Die 20 Unterseite des Rotors 50 steht dem Bodenflansch 14 direkt gegenüber. In diesem ist ein Einlaßkanal 38 - namentlich schräg - angeordnet, in den eine Zuführleitung 30 mündet, die vorzugsweise in den Flansch 14 bodenparallel verlaufend integriert ist, beispielsweise in radialer Richtung. Sie kann allerdings auch als äußeres Rohr ausgebildet und schräg an die Mündung des Einlaßkanals 38 herangeführt sein. Für die Heißwachs-Zufuhr aus einem (nicht dargestellten) Vorratsbehälter ist der Anschluß 32 mit einem Absperrorgan 34 vorhanden, z.B. einem 25 Drehschieber oder einem Ventil, das mit einem - wahlweise auch anders angeordneten - Hebel 36 bedienbar ist.

Der Bodenflansch 14 ist mit einem Stator 40 einstückig oder starr verbunden, welcher den Rotor 50 von oben übergreift und eine Ansaugöffnung 45 hat, unterhalb deren sich ein Hauptraum 15 30 befindet, der von der Oberseite bzw. Deckfläche 53 des Rotors 50 nach unten begrenzt ist. Der Stator 40 und der Rotor 50 haben jeweils achsparallele Zahnkränze, die mit geringstem Radialspiel ineinandergeschachtelt sind. So besitzt der Stator 40 einen inneren Statorring 41 mit inneren Statorzähnen 46 und einen äußeren Statorring 42 mit äußeren Statorzähnen 48. Der Rotor ist mit radial weiter innen liegenden inneren Ansätzen bzw. Zähnen 63 sowie mit äußeren 35 Ansätzen bzw. Zähnen 65 versehen, zwischen denen sich Radialdurchlässe 66 befinden (Fig. 11a). Entsprechende Radialdurchlässe 47 sind am inneren Statorring 41 vorhanden (Fig. 8a), ebenso Radialdurchlässe 49 am äußeren Statorring 42 (Fig. 8b). Die Ansätze 63, 65 des Rotors 50 stehen von seiner Oberseite 53 senkrecht ab (Fig. 11b) und haben geneigte Seiten- und Dachflächen, wobei das obere Ende der Zähne 63 bzw. 65 in Schrägflächen 67 40 ausläuft. Alle Zähne bzw. Ansätze 63, 65 können zur Umfangersrichtung schräg angestellte Flügelflächen 64 aufweisen (Fig. 11a, 11c).

Wichtig ist die Gestaltung des Rotors 50 (siehe vor allem Fig. 11b). Seine Nabe 51 hat eine Zentralbohrung 52 und eine ebene Stirnfläche 54, an die eine abgesetzte Stufenfläche 55 paral- 45 lel zur Deckfläche 53 anschließen kann. An einem Radius, der durch die Lage der Mündung des Einlaßkanals 38 vorgegeben ist, geht die Stufenfläche 55 in einen Flachkonus 56 über, von dem an einer scharfen Abreißkante 57 eine konkave Außenfläche 58 abgeht, die in steilerem Winkel an der Umfangskante 59 nahe oder an der Deckfläche 53 ausläuft. An diesem Teil wird der Rotor 50, der hier seinen größten Durchmesser sowie am Umfang eine Anzahl vorzugswei- 50 se konkav gekrümmter oder gewölbter Auslaßkanäle 68 hat, von den äußeren Statorzähnen 48 mit Minimalspalt übergriffen (vergl. Fig. 3 und 4).

Die Vormischkammer 60 ist für das Zumischen und Dispergieren von zentraler Bedeutung. Sie ist zwischen der Innenbegrenzung der äußeren Statorzähne 48, der Außenfläche 58 des Rotors 50 und der benachbarten Oberseite des Bodenflansches 14 ist die Vormischkammer 60 ange- 55

ordnet. In diesem kleinen Volumen, zu dem in der jeweiligen Umfangs-Position dasjenige des betreffenden Auslaßkanals 68 gehört, wird das aus der Zuführung 30 kommende heiße Reagenz II nach Umlenkung an dem als Prallfläche wirkenden Flachkonus 56 mit dem im Hauptraum 15 bereits vorhandenen Medium I zu dem Gemisch $G = R I' + P$ verwirbelt. Dieses gelangt durch den zugeordneten Auslaßkanal 68 zu den äußeren Statorzähnen 48 und durch die äußeren Radialdurchlässe 49 hindurch in eine Umlenkammer 61 und fließt dispergiert am Gehäuse 12 entlang durch die Radialauslässe 62 des Stators 40 in einen (nicht gezeichneten) Behälter ab. Das Rührorgan 44 führt den Hauptstrom R I aus dem Behälter F fortlaufend dem inneren Hauptraum 15 zu, bis die Dispersion den gewünschten Homogenisierungsgrad erreicht hat. Über einen (hier nicht dargestellten) Auslaß kann der Endstrom E des fertigen Produkts III abgezogen werden.

Das Ausführungsbeispiel der Fig. 6 ist prinzipiell gleichartig aufgebaut, weshalb entsprechende Bauteile mit schon erwähnten Bezugswahlen gekennzeichnet sind. Hier ist der Stator 40 nicht als Haube, sondern als Deckplatte ausgebildet, die mit der zentrischen Ansaugöffnung 45 versehen und mit einem zylindrischen Gehäuse 70 starr verbunden ist, das der ebenfalls starr befestigte Bodenflansch 14 unten abschließt. Der bevorzugt schräge Einlaß 38 ist mit dem Anschluß 32 wiederum durch eine als bodenparalleler Radialkanal im Flansch 14 ausgebildete Zuführung 30 raumsparend verbunden. An einer Umfangsstelle hat das Gehäuse 70 einen Stutzen 69 (Fig. 6 und 7b) mit einem Anschluß 72 für eine (hier nicht gezeichnete) Rückföhrleitung zur Oberseite des Behälters F. Ein weiterer Anschluß 73 ist an einem Aufsatz 17 nahe dem Behälterboden 12 vorhanden.

Die Statorplatte 40 trägt den Aufsatz 17, der daran mit einem Befestigungsflansch 71 montierbar ist und in einem Einlaufrohr 19 das Rührorgan 44 umgibt (Fig. 7a). Das mit dem Flansch 71 verschweißte Einlaufrohr 19 ist mit einem oberen Flansch 29 starr verbunden, auf den ein - in Fig. 7a getrennt dargestellter - Flanschring 39 aufsetzbar ist, den man am Gehäuse 12 bzw. an einem damit verbundenen Flanschansatz verschrauben kann.

Bei einer weiteren Bauform des Aufsatzes 17 hat das Gehäuse 70 gemäß Fig. 7b einen verkürzten Wachs-Zufuhranschluß 32, der als Bestandteil des Bodenflansches 14 direkt unterhalb des Gehäuses 70 mit diesem verschweißt ist. Im noch anderen Beispiel der Fig. 7c ist der Anschluß 32 unmittelbar in die Wandung des Gehäuses 70 eingesetzt, wodurch man eine zusätzliche Platzersparnis erzielt.

Eine besondere Problematik besteht darin, daß für die Entwicklung neuer Rezepturen zuerst naturgemäß in kleineren Laboranlagen von z.B. 3...16 l Inhalt mit Dispergierern entsprechend geringer Leistung (beispielsweise 1,5...5,5 kW) gearbeitet wird. Die Umsetzung auf industriellen Maßstab macht herkömmlich große und zeitraubende Mühe, weil die unterschiedlichen thermischen Bedingungen und andersartigen Verhältnisse von Oberflächen zu Volumen den Übergang auf große Volumina von z.B. 500...5000 l recht kompliziert gestalten, zumal wenn ein Übersetzungsfaktor von 300 überschritten wird. Viele Rezepturen werden durch die Vermischung des heißen Wachs-Zusatzes mit der vergleichsweise kalten Trägersubstanz wesentlich beeinflußt. Der Vorgang findet hier im Vordispergierraum statt, dessen Volumen hauptsächlich vom Rotordurchmesser abhängt, der wiederum in 5. Potenz die Leistungsaufnahme des Rotors bestimmt. Es zeigte sich als großer Vorteil des Teilstromverfahrens nach der Erfindung, daß für den Übergang von einer 3,0-kW-Labormaschine auf eine 45-kW-Dispergiereinrichtung eine Rotorvergrößerung nur im Verhältnis 1:1,72 erforderlich ist. Das entspricht einem Verhältnis 1:2,95 der Volumenvergrößerung im Vordispergierraum, was gegenüber dem Übersetzungsfaktor 300 als verschwindend gering anzusehen ist. Bei praktischen Versuchen konnten die in der Laboranlage erarbeiteten Rezepturen identisch auf die Produktionsanlage übernommen werden, und zwar unter voller Übereinstimmung des erzeugten Produkts mit dem Laborergebnis. Aufgrund des geringen 'aktiven Volumens' und des Wegfalls einer Aufheizzeit der Trägersubstanz verkürzt sich die Produktionsdauer für diesen Prozeßschritt erheblich, z.B. bei 2000 kg für einen Batchzyklus vom Beginn der Behälter-Befüllung bis zum Ende des Abpumpens von

durchschnittlich 2,5 h auf 40 min, was neben einer großen Steigerung der Tagesproduktion auch eine beträchtliche Energie-Einsparung bedeutet.

Einsatzbeispiel A: Fettsäure-Kalkmilch-Mischung

5

Bei der Herstellung von Fettsäure-Kalkmilch Mischungen, z.B. zur Gewinnung von Reinigungsmitteln, wird Fettsäure als Reagenz II in die Vorkammer 60 zudosiert. Der in Lösung gegangene CaOH-Komplex des Teilstroms R I' von Reagenz I (Kalkmilch) reicht zur Neutralisation der schwachen Fettsäure. Bei der Nachmischung wird durch das in Suspension befindliche CaOH

10 wieder die Sättigungskonzentration erreicht. Die äußerst störende Bildung von Kalk-Fettsäure-Agglomeraten wird durch das Teilstromverfahren erfolgreich vermieden.

Einsatzbeispiel B: Flockungsmittel-Zugabe in der Wasseraufbereitung

15

Bei der Wasseraufbereitung und Abwasserbehandlung werden Flockungsmittel und Koagulationshemmer (z.B. Aluminiumsulfat) im ppm-Bereich zugegeben. Weil eine homogene Dosierung dieser Mittel in den Betriebsanlagen schwierig ist, muß häufig überdosiert werden, was erhebliche Kostensteigerung bedeutet. Man kann einen Teilstrom von 10% bis 1% der Wassermenge über eine Dispergiereinrichtung 10 mit Vorkammer 60 leiten und dieser Wassermenge (über

20 Anschluß P4 des Dispergierers 10) im Teilstromverfahren das Flockungsmittel oder Antikoagulans zuführen. Die Rezirkulationsleitung Z führt direkt wieder in das Bearbeitungsbecken der Gesamtwassermenge. So erfolgt die Zugabe dort in dem erheblich günstigeren Mischungsverhältnis von 1:10 bis 1:100. Die äußerst kurze Verweildauer der Flockungsmittel im Scherbereich der Dispergiereinrichtung verhindert eine Zerstörung der Molekülketten der Flockungsmittel. Ein

25 größerer Spalt zwischen Rotor und Stator kann von Vorteil sein.

Einsatzbeispiel C1: Exotherme Vorgänge

30

Bei vielen chemischen Reaktionen wird Wärme freigesetzt, die muß abgeführt werden muß, um die Reaktion kontrolliert ablaufen zu lassen. Beim Teilstromverfahren nach der Erfindung kann das Mengenverhältnis von Reagenz I und Reagenz II exakt zueinander eingestellt werden, und zwar so, daß die Kühlung der Rezirkulationsleitung Z der Wärmemenge der Reaktionswärme entspricht.

35

Einsatzbeispiel C2: Endotherme Prozesse

40

Bei endothermen Vorgängen reicht häufig schon die Wärmeeinbringung durch das Rotor/Stator-System 40/50, um die benötigte Wärmemenge für die Lösung zu erhalten. Hier ist eine hohe Energiedichte vorteilhaft, selbst wenn die Teilchen-/Tröpfchen-Größe vom Verfahren her an sich zweitrangig ist.

Anforderungen an die Dispergiereinrichtung

45

Das zweistufige Dispergieren bildet den Kern von Verfahren und Vorrichtung nach der Erfindung. Die Haupt-Anforderungen an die Dispergiereinrichtung 10 sind:

50

- a) eine Vormischkammer (60) von kleinem Volumen, in die ein Teilstrom R I' aus einem z.B. Reagenz I enthaltenden Behälter (F) gelangt;
- b) eine Zugabemöglichkeit (32, 38) z.B. von Reagenz II durch Zustrom P in diese Vormischkammer (60);
- c) Einstellung einer gewünschten Druckverteilung durch den eingangsseitigen Umschlingungswinkel des Auslasses (69) bzw. durch das Querschnittsverhältnis der Austrittsöffnungen (bei Maschinen ohne Rezirkulationsleitung);
- d) Einstellbarkeit des Volumens des Gemischstroms G, beispielsweise durch Wahl geeignet geformter Mischwerkzeuge oder Vorgabe von Durchlaßvolumina der Statorzähne (46, 48);

55

- e) Vorgabe der für die Produkthomogenität wesentlichen Teilstrom-Hauptstrom-Druckverhältnisse, z.B. durch trapezförmige Ausbildung der äußeren Statorzähne (48).

Dank geeigneter Formung der Vormischkammer 60 und hoher Drehzahl des Rotors 50 ist eine Misch- und Dispergierzeit im Millisekunden-Bereich möglich. So vermeidet man besonders im Verfahrensbeispiel A selbst bei hohen Wachsanteilen eine Abkühlung von Reagenz II unter die Erstarrungsgrenze. Durch Justierung des Mischungsverhältnisses wird ein günstiges Temperaturniveau zum Homogenisieren bzw. Dispergieren erreicht. Die Drehzahl des Dispergiermotors ist z.B. durch Vorgabe von Frequenz und/oder konstantem Ausgangsstrom regelbar. So kann die eingebrachte Energie auch bei während des Prozesses schwankender Viskosität konstantgehalten werden.

Wenn Emulsionen oder viskose Produkte hergestellt werden, führt man den Auslauf der Rezirkulation zweckmäßig unter dem Flüssigkeitsniveau im Behälter zurück, um Lufteintritt zu verhindern.

Für Verfahren nach Beispiel B soll die Einheit mit einer externen Rezirkulationsleitung (Z) versehen sein, die nach Bedarf heiz- und/oder kühlbar ausgeführt ist.

Arbeitet man mit einer Einzelmaschine (also ohne Kaskadenschaltung), so ist eine entsprechende Abzweigmöglichkeit im Teilstrom der Maschine notwendig. Verwendet man z.B. zwei Dispergiereinrichtungen, wobei ein zweiter, kleinerer Dispergierer zum Erzielen der Zweistufigkeit eine Vormischkammer 60 aufweist, so kann für die Ultrafeindispersion zusätzlich in die Rücklaufleitung Z vom zweiten Dispergierer zum Behälter F ein Hochdruck-Homogenisator geschaltet werden. Im Heiß/Kalt-Verfahren nach Beispiel A wird das Endprodukt, d.h. Reagenz III, durch die Energieaufnahme in den zwei Dispergierstufen und durch den Zulauf des heißen Reagenz II auf die für den Hochdruck-Homogenisator optimale Temperatur gebracht. Dieser muß nur für den Zustrom G ausgelegt sein, was Kosten sowie Energieverbrauch spart und mithin einen wesentlichen Vorteil darstellt. Diese Variante eignet sich besonders gut zur Einbringung „schwieriger Produkte“ wie z.B. Vitamin E.

Ein Zwischenschalten eines Hochdruck-Homogenisators ist auch bei einer zweistufigen einzelnen Dispergiereinrichtung 10 möglich, sofern nur ein geeigneter Teilstrom-Anschluß vorhanden ist.

Rezeptur-Beispiele

a) Elegante Nachtcreme (Rezeptur Henkel KGaA)

Die Zutaten der heißen Phase - unter ihnen Bienenwachs - werden in einem Behälter geschmolzen und auf 80...85 °C gebracht. Die Menge beträgt für 2000 kg Endprodukt rund 600 kg. Zutaten der kalten Phase werden in dem Behälter F vorgelegt, in den von oben Wasser von ca. 15 °C eingefüllt wird. Dann wird Vakuum angelegt, beispielsweise 0,5 bar, und die anderen Komponenten der kalten Phase werden zugegeben, während die Homogenisiereinrichtung 5 min lang bei mittlerer Drehzahl läuft. Das wandgängige Rührwerk S im Behälter F wird nach Wasserzugabe ebenfalls eingeschaltet. Hierbei ist es günstig, wenn der Behälter F über ein koaxiales, gegenläufiges Rührsystem verfügt, so daß ein homogeneres Nachmischen erfolgt. Sodann wird die heiße Phase über den Anschluß 30, 32 zugegeben, der direkt in die Vormischkammer 60 führt. Der Dispergierer 10 läuft mit ca. 3000 min⁻¹ um. Während des etwa 15 min dauernden Vorganges ist der Motorstrom bei z.B. 40 A konstantzuhalten, was bei variablen Viskositäten zwar Drehzahländerungen nach sich zieht, aber konstanten Energie-Eintrag bewirkt. Anschließend wird je 5 min lang bei ausgeschaltetem und bei eingeschaltetem Dispergierer 10 nachgerührt.

Energiebilanz

25 min Lauf des 30-kW-Dispergierers inkl. Austrag, Stromverbrauch	12,50 kWh
40 min Langsamlauf des 5,5-kW-Rührwerks verbrauchen	3,67 kWh
Zum Aufheizen der heißen Phase benötigt man	<u>35,00 kWh</u>
Gesamt Energieverbrauch	51,17 kWh.

5

Beim herkömmlichen Heiß/Heiß-Verfahren, das mindestens 2,5 h dauert, sieht die Energiebilanz folgendermaßen aus:

Aufheizen beider Produktphasen auf 80...85 °C	116 kWh
Dispergierbetrieb während 0,5 h	15,5 kWh
2,5 h Langsamlauf des Rührwerks	13 kWh
Abkühlen auf 35 °C	mind. 116 kWh
Gesamtverbrauch	<u>260,5 kWh.</u>

Man sieht, das der erfindungsgemäße Verfahrensablauf bei diesem Beispiel eine Energieersparnis von rund 210 kWh bewirkt und zusätzlich noch aufgrund der kurzen Produktionszeit die Fertigungskapazität mehr als verdreifacht.

b) Haarfärbemittel

20

Zur Erzeugung von Haarfärbemitteln wird ein Haarfarb-Grundstoff hergestellt, der für alle Farben gleichen Typs gleich ist und der die insgesamt benötigte Wassermenge bestimmt. Anschließend stellt man das eigentliche Haarfärbemittel durch Einarbeiten der gewünschten farbtongebenden Substanzen in eine reduzierte Menge der Haarfarb-Basis her. In einer 3000-l-Anlage, die mit einer Dispergiereinrichtung 10 und einem gegenläufigen Rührsystem W ausgestattet ist, wird zur Herstellung des Haarfarb-Grundstoffes im Heiß/Kalt-Verfahren gemäß Anspruch 10 nur soviel Wasser zugegeben, wie beim konventionellen Prozeß für die Haarfarbe mit der prozentual geringsten Wassermenge benötigt wird (im allgemeinen ist das die Farbe schwarz). Ein Teil des Farb-Grundstoffes wird dann in eine kleinere Anlage von z.B. 250 l umgepumpt, die mit einer Dispergiereinrichtung 10 samt Vormischkammer 60 ausgestattet ist. Über den Anschluß P4 werden die den Farbton liefernden Mittel in den Zustrom P zugegeben. Die Wassermenge wird dabei so gewählt, daß unter Berücksichtigung der eventuell geringeren, vorab in das Grundprodukt eingegebenen Wassermenge im Endprodukt III das rezepturmäßige Verhältnis für den gewählten Farbton gegeben ist.

35

Die Erfindung ist nicht auf die vorbeschriebenen Ausführungsformen beschränkt, sondern in vielfältiger Weise abwandelbar. Das Heiß/Kalt-Teilstromverfahren kann gut in Fällen eingesetzt werden, wo Reagenz II bei Raumtemperatur zwar nicht starr ist, aber im heißen Zustand eine erwünscht niedrige Viskosität aufweist, so daß die Einarbeitung in Reagenz I auf hohem Energieniveau vor sich geht, etwa wenn es sich um hochkonzentrierte Tenside oder Vitamin-E-Produkte handelt. Dank der hohen Konzentration im Zustrom P können auch die industriell üblichen Kalt/Kalt-Ansätze sehr wirtschaftlich gefahren werden. Es ist ferner möglich, bei niedrig- bis mittelvviskosen Stoffen eine für den Batchbetrieb ausgelegte Laboranlage mit zweistufiger Dispergiereinrichtung 10 in eine kontinuierlich arbeitende Produktionsanlage umzufunktionieren, wozu man lediglich relativ kostengünstige Lagerbehälter für die 'heißen' und 'kalten' Ausgangsstoffe sowie eventuell eine Dosiereinrichtung benötigt.

45

Man erkennt, daß ein bevorzugtes Verfahren zum Homogenisieren von Stoffen wie pastösen Massen und/oder zur Erzeugung von Emulsionen mit Tröpfchengrößen im µm-Bereich einen an einem Behälter F angeordneten Dispergierer 10 mit einem bodennahen Rotor/Stator-System 40, 50 und eventuell mit Förderorganen 44 benutzt. Erfindungsgemäß wird in einer ersten Stufe ein aus einer Reagenz- oder Wachslösung erzeugtes, z.B. heißes Vorprodukt II in Form eines Zustroms P mit einem dosierten Teilstrom einer z.B. kalten Trägersubstanz R I' dispergiert und in einer zweiten Stufe mit einem von oben zufließenden Trägersubstanz-Resthauptstrom R I" nachvermischt. Die im 10-ms-Bereich, also schockartig stattfindende Abkühlung der Wachspar-

50

55

tikel verhindert deren Verklumpen. Es entsteht eine stabile Mischung bzw. Emulsion mit geringen, durch Steuerung des Energie-Eintrags am Rotor/Stator-System 40, 50 produktgerecht einstellbaren Tröpfchengrößen. Der Rotor-Unterseite ist eine Vormischkammer 60 zugeordnet, in welcher der Zustrom P mit dem von oben/außen zugeführten Teilstrom R I' verwirbelt wird.

5 Der Schnelllauf des Rotors 50 erzeugt eine Trombe, deren Unterdruck zur Selbstdosierung des Zustroms P beiträgt. Indem das wachshaltige Gemisch $G = R I' + P$ aus der Vorkammer 60 zunächst nach außen umgelenkt wird, ehe man es an der Stator-Oberseite beschleunigt und dem inneren Reststrom R I'' zuführt, wird dessen statischer Druck überschritten. Man kann von oben Pulverbestandteile zumischen. Eine Teilstrom-Zuführung 30, 38 mündet unterhalb des
10 Rotors 50, bevorzugt nahe seinem Außenbereich, in die Vormischkammer 60, die von einem äußeren Statorring 42 begrenzt wird und über einen Auslaßkanal 68 in einen Hauptraum 59 an der Unterseite des Rotor/Stator-Systems 40, 50 führt. Die äußeren Statorzähne 48 ragen bis an einen Bodenflansch 14, dem die Rotor-Unterseite mit einem Flachkonus (56), einer Abreißkante (57) und einer steileren Außenfläche (58) gegenübersteht. Ein Rührorgan 44 kann unmittelbar
15 über dem zentrisch in der Haube ausgebildeten Einlaß 45 nahe dem Rotor 50 oder in einem Einlaufrohr 19 oberhalb des Rotor/Stator-Systems 40, 50 sitzen, von dem ein Auslaßstutzen 69 abgeht. Eine absperrbare Rückführleitung Z ist zumindest streckenweise außerhalb des Behälters F installierbar und/oder temperierbar.

20 Sämtliche aus den Ansprüchen, der Beschreibung und der Zeichnung hervorgehenden Merkmale und Vorteile, einschließlich konstruktiver Einzelheiten, räumlicher Anordnungen und Verfahrensschritten, können sowohl für sich als auch in den verschiedensten Kombinationen erfindungswesentlich sein.

Patentansprüche:

1. Zweistufiges Dispergier-Verfahren, bei dem von einem aus einem Behälter (F) kommenden Hauptstrom (R I) eines Reagenz I ein Teilstrom (R I') abgezweigt und diesem ein Zustrom (P) eines Reagenz II zugeführt wird, wobei aus dem Teilstrom (R I') und dem Zustrom (P) in einer Vormischkammer (60) eines Rotor/Stator-Systems (40, 50) unter zyklischem Druck-Auf- und -abbau ein Gemisch ($G = R I' + P$) erzeugt wird, wobei Reagenz I bei hohem Druck in die Vormischkammer (60) gefördert und Reagenz II bei niedrigem Druck unter Verwirbelung mit dem Reagenz II gleichmäßig dispergiert wird, und wobei durch Zuführung des Gemisches ($G = R I' + P$) zu dem Resthauptstrom (R I'') ein Austritts- oder Endstrom (E) entsteht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, *dadurch gekennzeichnet*, daß die Dispergiereinrichtung kontinuierlich nur mit demjenigen Teil (R I') des Hauptstromes (R I) beschickt wird, dem in der Vormischkammer (60) das Reagenz II in der dem Hauptstrom (R I) entsprechenden Menge (P) dosiert zugeführt wird, wodurch im Auslaßstrom (E) der Dispergiereinrichtung eine Überkonzentration von Reagenz II erreicht wird, worauf das überkonzentrierte Gemisch ($G = R I' + P$) in einem klein dimensionierten Hochdruck-Homogenisator verarbeitet und mit dem verbleibenden Resthauptstrom (R I'') nachvermischt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, *dadurch gekennzeichnet*, daß ein Vermischungsbe-
reich (Vormischkammer 60) ohne wesentliche Scherbeanspruchung vorgesehen ist, in dem die Temperatur und das Mengenverhältnis des Gemisches ($G = R I' + P$) einstellbar ist, und daß ein anschließender Bereich höchster Scherung vorgesehen ist, insbesondere an der
langen Zahnkante des Rotors (50) des Rotor/Stator-Systems (40/50).
4. Verfahren nach Anspruch 3, *dadurch gekennzeichnet*, daß das Gemisch ($G = R I' + P$) durch unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeiten und dadurch bewirkte unterschiedliche statische Drücke in der Vormischkammer (60) erzeugt wird, in die das eine Reagenz (Phase I) direkt gefördert wird, während das zweite Reagenz (Phase II) durch unterschied-

liche dynamische Drücke über Kanäle (68) in die Vormischkammer (60) gelangt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, *gekennzeichnet durch* zweistufige Gestaltung des Verfahrens unter Erzeugung definierter Teilströme (R I', R I'', P) derart, daß in
5 einem ersten Prozeßschritt aus einer Reagenz- oder Wachslösung ein Vorprodukt ($G = R I' + P$) erzeugt und dieses in einem zweiten Prozeßschritt dem Haupt-Trägersubstanzstrom (R I) oder einem Teilstrom (R I'') hinzugefügt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, *dadurch gekennzeichnet*, daß ein heißer Reagenzstrom (Zustrom P) im ersten Prozeßschritt in einer Vormischkammer (60) mit einem vom Hauptstrom (R I) der kalten Trägersubstanz dosiert abgezweigten Teilstrom (R I') vereinigt und dispergiert wird, worauf das Gemisch ($G = R I' + P$) zur Erzeugung des Endprodukts (III) im zweiten Prozeßschritt mit dem restlichen Teil (R I'') des Trägersubstanz-Hauptstroms nachvermischt wird.
10
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, *dadurch gekennzeichnet*, daß der Austrittsstrom (E) vom Dispergierer (10) zur Homogenhaltung des Produkts in einen weiteren, ein langsam laufendes Rührwerk (W) enthaltenden Behälter gefördert wird.
15
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, *dadurch gekennzeichnet*, daß dem Hauptstrom (R I) oder einem Teilstrom (R I'') Pulverbestandteile zugemischt werden.
20
9. Vorrichtung zum Homogenisieren von Stoffen, z.B. pastösen Massen, und/oder zur Erzeugung von Emulsionen mit Tröpfchengrößen im μm -Bereich, mit einem an oder in einem Behälter (F) angeordneten Dispergierer (10) mit wenigstens einem Rotor/Stator-System (40, 50) nahe dem Behälterboden, mit einem Produktzufluß (45) von oben und gegebenenfalls mit wenigstens einem in diesem oberen Bereich angeordneten Förderorgan (S; 44), zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorhergehenden Ansprüche, *dadurch gekennzeichnet*, daß eine Zuführung (30, 38) für ein insbesondere heißes Reagenz II in eine Vormischkammer (60) unterhalb des Rotors (50) mündet und daß die Vormischkammer (60) an der Unterseite des Rotor-Stator-Systems (40, 50) über einen Auslaßkanal (68) mit einem Hauptraum (15) strömungsverbunden ist.
25
30
10. Vorrichtung nach Anspruch 9, *dadurch gekennzeichnet*, daß die Vormischkammer (60) im äußeren Bereich des Rotors (50) zwischen seiner Unterseite und einem äußeren Statorring (42) angeordnet bzw. ausgebildet ist, insbesondere derart, daß sie von der Rotornabe (51, 54) bis zu dem Vormischkammer-Auslaßkanal (68) reicht.
35
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, *dadurch gekennzeichnet*, daß der äußere Statorring (42) aus dem Hauptraum (15) nach unten ragende Statorzähne (48) aufweist, die den Rotor-Umfang mit Minimalabstand berührungslos übergreifen und bis an einen der Rotor-Unterseite (54 bis 57) zentrisch gegenüberstehenden Bodenflansch (14) reichen.
40
12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11, *dadurch gekennzeichnet*, daß eine Zuführleitung (30) in einen Einlaßkanal (38) mündet, der als bodenparalleler Radialkanal in den Bodenflansch (14) integriert ist, insbesondere gegenüber der äußeren Rotor-Unterseite (55, 56).
45
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 12, *dadurch gekennzeichnet*, daß an der Rotor-Unterseite ein Umlenkkörper von einem Flachkonus (56) gebildet ist, der bis zum Bereich der Vormischkammer (60) reicht und wenigstens eine konusförmige oder konkave Außenfläche (58) mit steilerem Konus- bzw. Zentriwinkel hat, wobei der Übergang zwischen benachbarten Umlenkflächen (56, 58) bevorzugt als scharfe Abreißkante (57) gestaltet ist.
50
55

- 5 14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 13, *dadurch gekennzeichnet*, daß sie einen Stator (40) mit einer Haube aufweist, die außerhalb des äußeren Statorringes (42) eine Umlenkammer (61) begrenzt, welche nahe dem Bodenflansch (14) mit über den Umfang verteilten Auslaß-Öffnungen (62) versehen ist, und daß das Förderorgan (44) unmittelbar über dem zentrisch in der Haube ausgebildeten Einlaß (45) nahe dem Rotor (50) sitzt.
- 10 15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 14, *dadurch gekennzeichnet*, daß sie einen als Hohlwellen-Motor (20) ausgebildeten Antrieb aufweist, der an dem Bodenflansch (14) und an einem dazu rechtwinkligen Tragflansch (18) gelagert ist, und daß die Rotorwelle (43) z.B. durch Anschläge und Tellerfedern (13) derart abgestützt ist, daß bei thermischer Längenausdehnung die Hohlwelle (43) und die Antriebswelle (22) nur in Richtung vom Bodenflansch (14) weg bewegbar sind.
- 15 16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 15, *dadurch gekennzeichnet*, daß ein an den Behälterboden (14) anflanschbarer Aufsatz (17) ein das Förderorgan (44) umschließendes Einlaufrohr (19) oberhalb des Rotor/Stator-Systems (40, 50) aufweist und daß von diesem ein Auslaßstutzen (69) mit einer absperrbaren Leitung (Z) abgeht, die - bevorzugt unterhalb des Produktniveaus - in den Behälter (F) zurückführt.
- 20 17. Vorrichtung nach Anspruch 16, *dadurch gekennzeichnet*, daß die Rückführleitung (Z) streckenweise außerhalb des Behälters (F) installierbar und/oder temperierbar ist.
- 25 18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 17, *dadurch gekennzeichnet*, daß eine Ultraschalleinrichtung zur Beaufschlagung einer Stufe oder beider Stufen des Dispergierers vorhanden ist, für die der Rotor (50) einen intermittierenden Reflektor bildet.

Hiezu 8 Blatt Zeichnungen

30

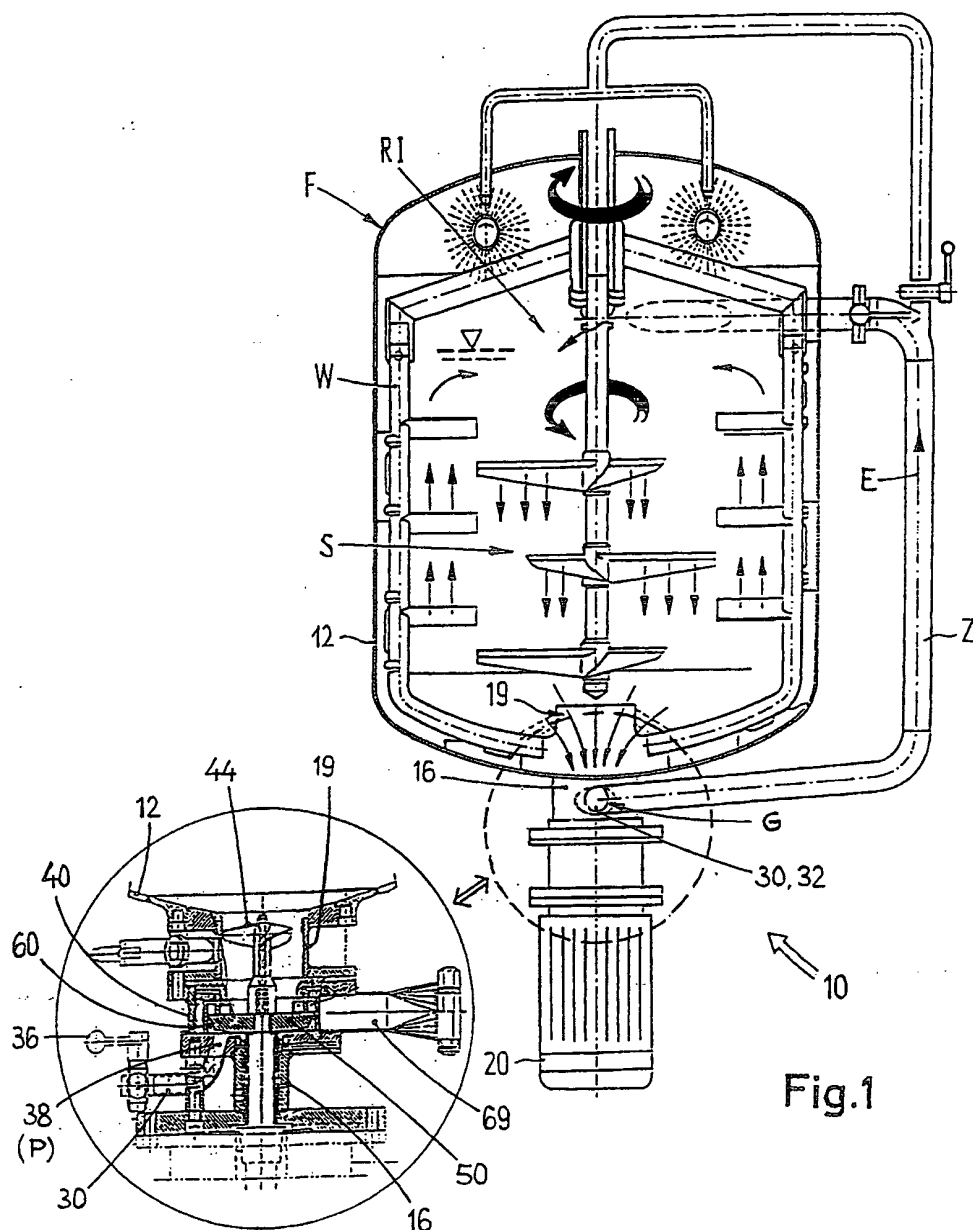
35

40

45

50

55



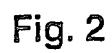


Fig. 3

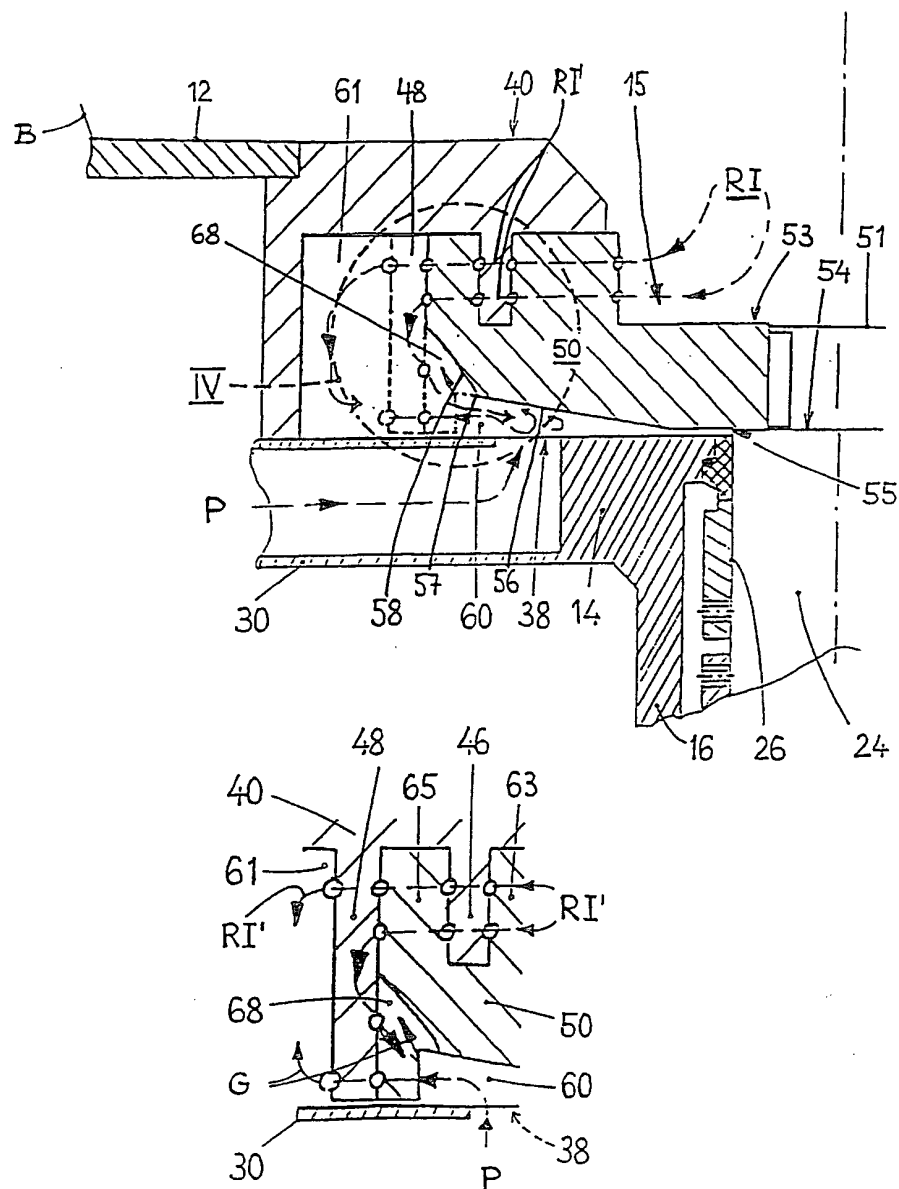


Fig. 4

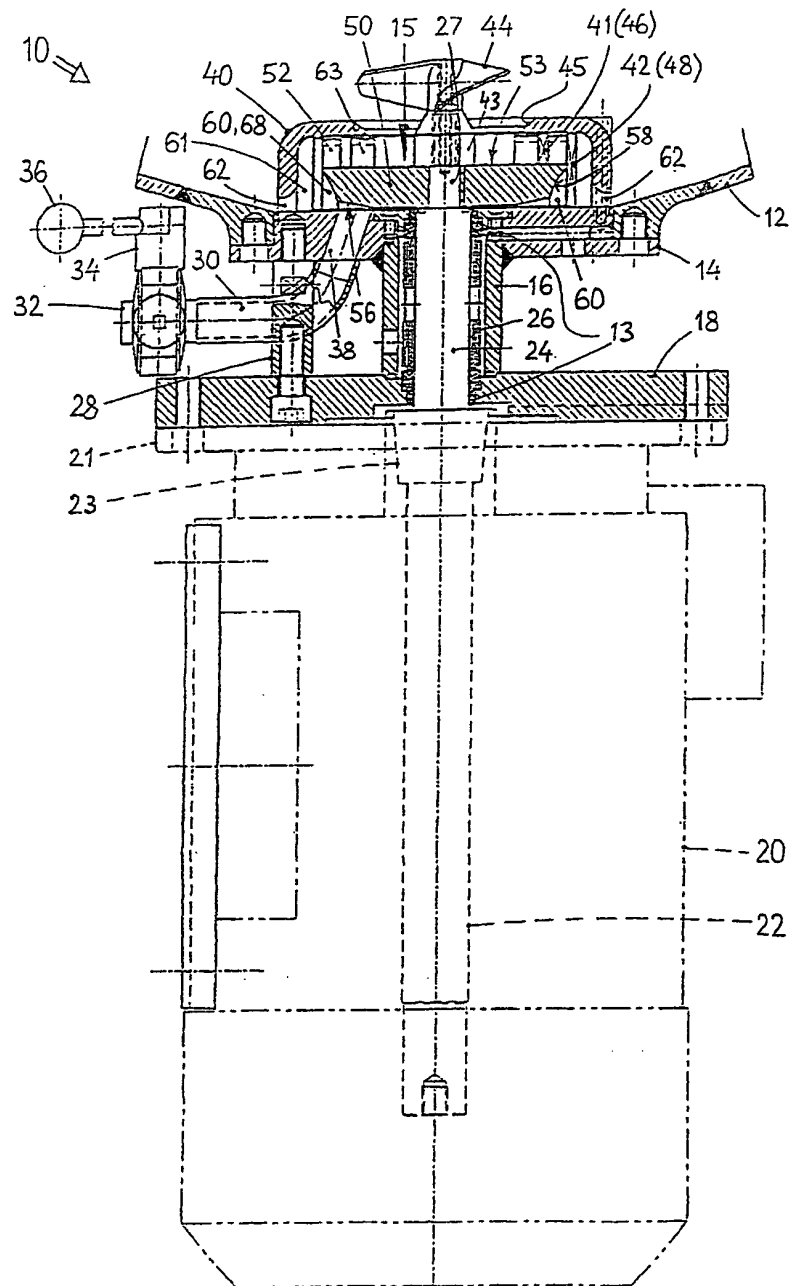


Fig. 5

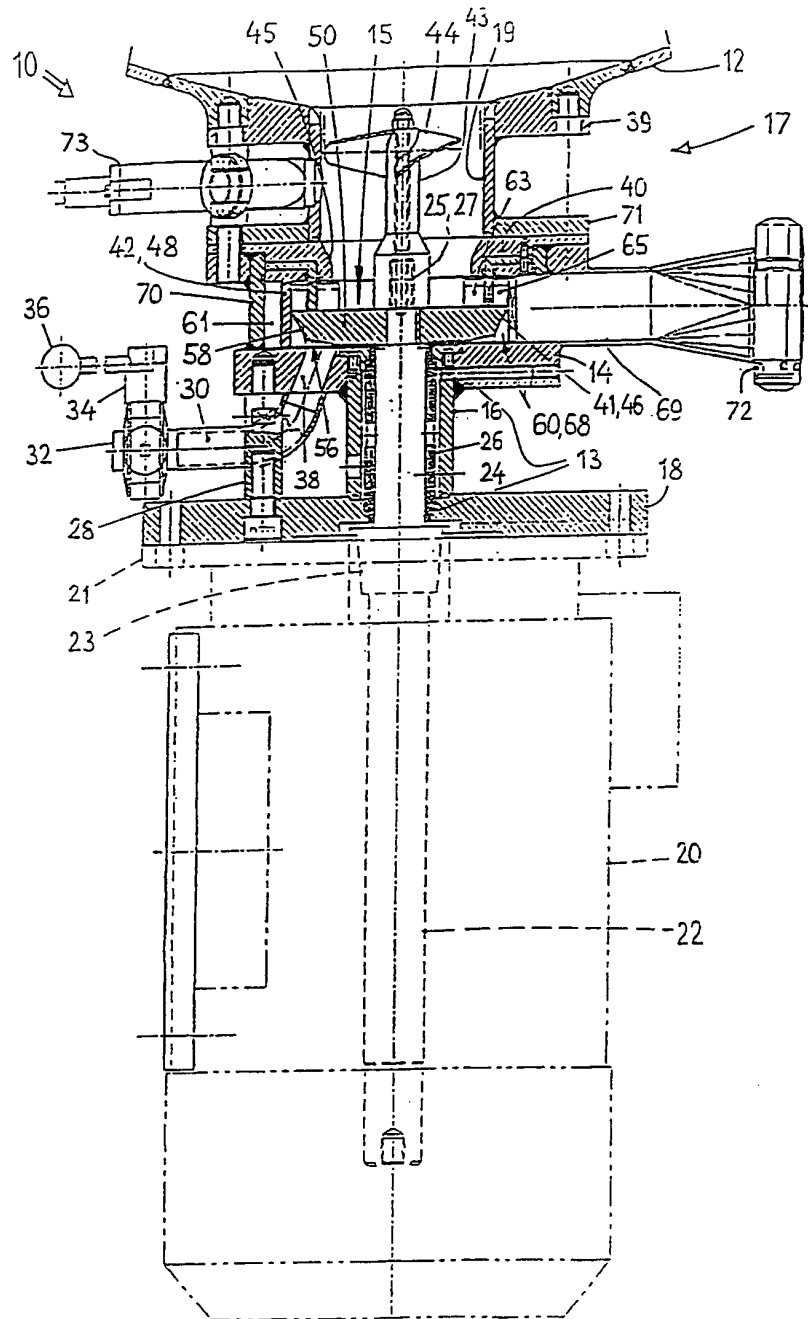


Fig. 6

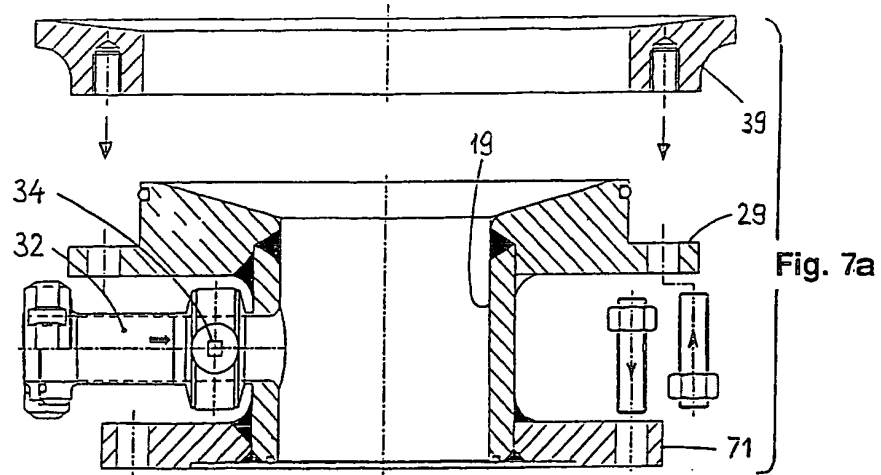


Fig. 7a

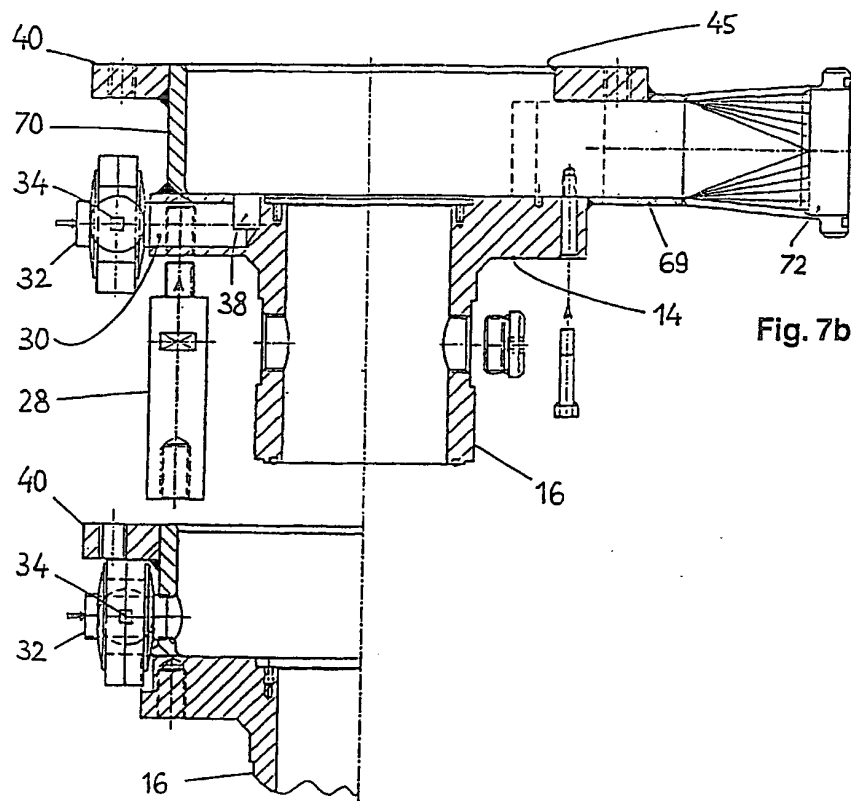


Fig. 7b

Fig. 7c



Fig. 9a

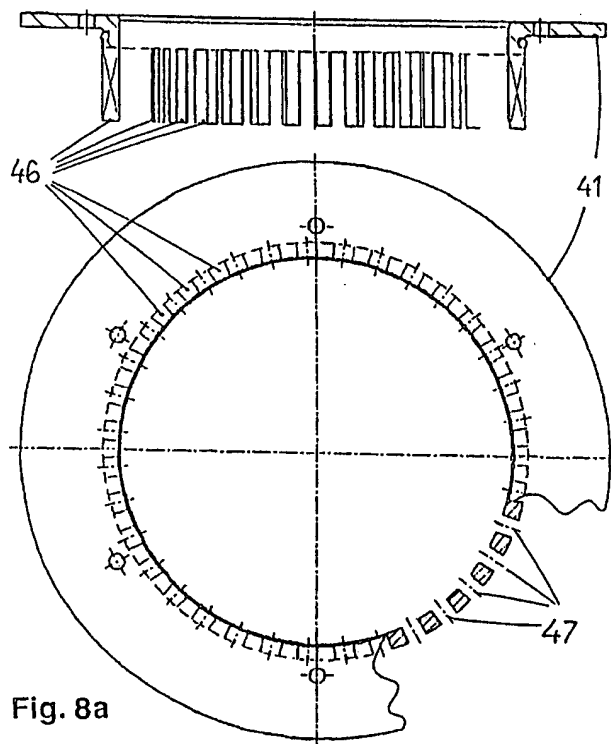


Fig. 8a

Fig. 9b

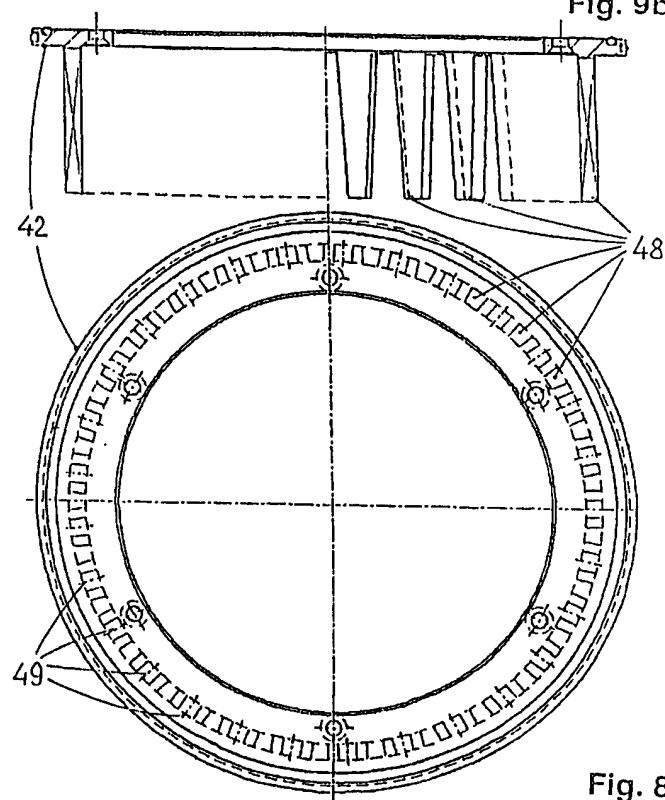


Fig. 8b

