

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 564 632 B1**

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des  
Hinweises auf die Patenterteilung:  
**29.01.1997 Patentblatt 1997/05**

(21) Anmeldenummer: **92922553.0**

(22) Anmeldetag: **22.10.1992**

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **B01F 3/12**, B01F 15/02

(86) Internationale Anmeldenummer:  
**PCT/EP92/02426**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:  
**WO 93/08905 (13.05.1993 Gazette 1993/12)**

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM MISCHEN PULVERFÖRMIGER FESTSTOFFE IN EINE FLÜSSIGPHASE**

PROCESS AND DEVICE FOR MIXING POWDERED SOLIDS INTO A LIQUID PHASE

PROCEDE ET DISPOSITIF POUR LE MELANGE DE MATIERES SOLIDES PULVERULENTES  
DANS UNE PHASE LIQUIDE

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**BE CH DE ES GB IT LI SE**

(30) Priorität: **29.10.1991 DE 4135648**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**13.10.1993 Patentblatt 1993/41**

(73) Patentinhaber: **Erich Netzsch GmbH & Co.  
Holding KG  
D-95100 Selb (DE)**

(72) Erfinder: **SCHERTENLEIB, Peter  
D-8673 Rehau (DE)**

(74) Vertreter: **Goetz, Rupert, Dipl.-Ing. et al  
Wuesthoff & Wuesthoff  
Patent- und Rechtsanwälte  
Schweigerstrasse 2  
81541 München (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:  
**DE-A- 1 457 176 GB-A- 1 249 827  
GB-A- 2 154 891 US-A- 4 518 261**

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).

**EP 0 564 632 B1**

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Mischen von pulverförmigen Feststoffen in eine Flüssigphase nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 und eine Vorrichtung hierzu nach dem Oberbegriff des Anspruchs 9.

Verfahren und Vorrichtungen dieser Art kommen beispielsweise bei der Herstellung von Magnetbändern, Druckfarben, Lacken und in der pharmazeutischen Industrie zum Einsatz. Häufig ist dabei die Flüssigphase ein Lösemittel.

Aus der EP-A 0 291 209 ist eine gattungsgemäße Vorrichtung bekannt, bei der pulverförmiger Feststoff mit Hilfe von Gas pneumatisch von einer Feststoffdosiereinrichtung in einen Mischbehälter gefördert wird. Der Feststoff wird dabei unterhalb des Flüssigkeitsspiegels der im Mischbehälter enthaltenen Flüssigphase zugegeben (sogenanntes Unterspiegelverfahren), was insbesondere bei sehr kleinen und leichten Partikeln die Vermischung mit der Flüssigphase erleichtert. Der Feststoff kann entweder mit Überdruck in den Mischbehälter gefördert oder durch ein im Mischbehälter erzeugtes Vakuum in ihn gesaugt werden. In jedem Fall entweicht beim Absaugen des Gasüberschusses oder beim Erzeugen des Vakuums eine erhebliche Menge Lösemittel aus dem Mischbehälter. Da das Verhältnis "Lösemittel" zu "Feststoff" oftmals genau spezifiziert ist, muß dieser Lösemittelverlust ersetzt werden, was die Herstellungskosten erhöht. Außerdem besteht das Problem, daß die als Folge des gestiegenen Umweltbewußtseins in den letzten Jahren erlassenen behördlichen Auflagen (z.B. TA-Luft) mit einer solchen Vorrichtung nicht mehr erfüllt werden können.

Aus der DE-PS 36 27 875 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Reinigung lösemittelhaltiger Abluft bekannt. Dabei wird die Abluft in einem Kühler zunächst vorentwässert und strömt dann durch einen Absorber, der aus einem Molekularsieb gebildet ist. Der Absorber wird regeneriert, indem erhitztes Gas durch das Molekularsieb geleitet wird. Alternativ ist auch eine Regenerierung durch Unterdruck möglich. Zwar kann so eine gute Abluftreinheit erzielt werden, jedoch sind Molekularsiebe nicht zur Reinigung von Abluft geeignet, wie sie bei gattungsgemäßen Mischvorrichtungen auftritt. Die mögliche Verunreinigung der Abluft mit feinstem pulverförmigen Material wurde selbst bei Anordnung eines Vorfilters die feinen Poren eines Molekularsiebes in kurzer Zeit zusetzen und es dadurch unwirksam machen.

Aus der GP 2 154 891A ist das verfahrenstechnische Prinzip bekannt, eine Gasphase, die zu Mischzwecken einem Mischer zugeführt wird und nach dem Mischvorgang wieder aus dem Mischer austritt, im Kreislauf zu fahren und somit dem Mischer wieder zuzuführen. Hierbei werden Bestandteile, die beim Austritt aus dem Mischer in der Gasphase mitgerissen werden, in einem Abscheider abgetrennt, bevor die gereinigte Gasphase dem Mischer wieder zugeführt wird.

Aus der DE-A-14 57 176 ist ein Verfahren und eine

Anlage zum Mischen von körnigen oder pulverförmigen Feststoffen mit Flüssigkeiten bekannt. Bei dem dort beschriebenen Verfahren werden die zu vermischenden Stoffe, beispielsweise Mehl und Fette, nacheinander in einen Luft- oder Gasstrom eingespeist und vermischen sich darin. Die dort beschriebene Anlage weist zur Durchführung des Verfahrens einen Gaskompressor auf, der das verwendete Gas unter Druck in eine Rohrleitung fördert. Ein mit einem weiteren Kompressor gekoppelter Zerstäuber sorgt dafür, daß die Flüssigkeit in die Rohrleitung und damit in den unter Druck stehenden Gasstrom eingesprüht wird. Der mit Flüssigkeitströpfchen beladene Gasstrom wird sodann durch eine mit einem Vorratsbehälter für den Feststoff verbundene Schleuse geleitet, in der der Feststoff in die Rohrleitung eingespeist wird. Aufgrund der Strömungsgeschwindigkeit in der Rohrleitung und der sich daraus ergebenden Verwirbelung erfolgt eine innige Vermischung der Flüssigkeit mit dem Feststoff. In einem Abscheidezyklon wird der Feststoffanteil abgetrennt und das Gas wird zum Gaskompressor zurückgeführt. Wie aus der vorstehenden Erläuterung ersichtlich ist, handelt es sich bei dem in der DE-A-14 57 176 beschriebenen Gegenstand um ein Verfahren und eine Anlage zur Erzeugung eines Trockengranulates. Zum Mischen pulverförmiger Feststoffe in eine Flüssigphase ist weder das vorgenannte Verfahren noch die vorgenannte Anlage geeignet.

Aus der EP-A-0 331 611 ist eine Anlage zum Reinigen von Werkstücken bekannt. Die Anlage weist einen Spülgaskreislauf auf, in dem sich während des Betriebs der Anlage die Lösemittelkonzentration normalerweise erhöhen würde. Um dem zu begegnen, sind vor einem den Spülgaskreislauf aufrechterhaltenden Gebläse zwei in Serie geschaltete Kühler vorhanden, in denen ein großer Teil des im Spülgas enthaltenen Lösemittels auskondensiert wird. Soll die Lösemittelkonzentration im Spülgaskreislauf sehr klein sein, kann das Spülgas alternativ auch durch einen Absorber geführt werden. Dieser muß jedoch dann in regelmäßigen Abständen regeneriert werden. Zur pneumatischen Förderung pulverförmiger Feststoffe ist diese Anlage schon wegen des in ihr enthaltenen Absorbers nicht geeignet.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Mischen von pulverförmigen Feststoffen in eine Flüssigphase zu schaffen, das bzw. die unter Beibehaltung der Vorteile der gattungsgemäßen Vorrichtung eine kostengünstigere Produktion und eine Erfüllung verschärfter Emissionsauflagen ermöglicht.

Erfindungsgemäß ist diese Aufgabe durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 und eine Vorrichtung nach dem Anspruch 9 gelöst.

Ausgestaltungen des Verfahrens und der Vorrichtung nach der Erfindung sind Gegenstand der Ansprüche 2 bis 8 bzw. 10 bis 17.

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß die zugrundeliegende Aufgabe am besten mit einem geschlossenen Gaskreislauf zu lösen ist. Das Gas, das

nur als Transportmedium dient, kann jedoch nicht einfach über die Feststoffdosiereinrichtung in den Mischbehälter zurückgeführt werden, da der zirkulierende Gasstrom sich bis zur Sättigungsgrenze mit Lösemitteln anreichern würde, was ein Verkleben des zu transportierenden Feststoffs und damit ein Verstopfen der Feststoffdosiereinrichtung und nachgeordneter Leitungen zur Folge hätte. Erfindungsgemäß wird deshalb die in dem zirkulierenden Gasstrom enthaltene Flüssigkeit zumindest soweit auskondensiert, daß die Gefahr des Verklebens nicht mehr besteht. Die auskondensierte Flüssigkeit kann dem Mischbehälter sofort wieder zugeführt werden.

Eine vorteilhafte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung weist je einen Kondensator vor und nach der Pumpeinrichtung auf, wobei der Druck in dem Kondensator nach der Pumpeinrichtung höher ist als im Kondensator vor der Pumpeinrichtung. Der höhere Druck im Kondensator nach der Pumpeinrichtung unterstützt das weitere Auskondensieren. Bevorzugt sind der oder die Kondensatoren gekühlt, um den Kondensationsvorgang möglichst effektiv zu gestalten.

In einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind der oder die Kondensatoren kondensatseitig mit dem Mischbehälter verbunden, so daß das Kondensat sofort in den Mischbehälter zurückführbar ist. Vorzugsweise sind jedoch der oder die Kondensatoren mit einem Kondensatsammelbehälter verbunden, der seinerseits kondensatseitig mit dem Mischbehälter verbunden ist. Mit einer derartigen Anordnung kann die Vorrichtung leichter variierenden Flüssigkeitsbelastungen angepaßt werden und es ist einfacher, in den einzelnen Kondensatoren unterschiedliche Druckniveaus aufrechtzuerhalten.

Ist die Vorrichtung schwankenden Umgebungstemperaturen ausgesetzt, so ist insbesondere eine vom letzten Kondensator zur Feststoffdosiereinrichtung führende Rückführleitung beheizbar ausgeführt, damit im Gasstrom verbliebene Restfeuchte bei niedrigen Umgebungstemperaturen nicht durch Taupunktunterschreitung auskondensiert und zu unerwünschter Verklebung mit dem zu transportierenden Feststoff führt.

Zur Vereinfachung der Betriebsweise und zur konstanten Prozeßführung ist in der Rückführleitung zweckmäßigerweise ein Regler zur Einstellung von Volumenstrom und Betriebsdruck angeordnet.

Das als Transportmedium dienende Gas kann im Prinzip jedes Gas sein. Da jedoch spezifisch schwere Gase eine höhere Beladung des Gasstroms mit Feststoff ermöglichen, werden vorzugsweise stickstoffreiche Gase wie z.B. Luft bis hin zu reinem Stickstoff als Transportmedium eingesetzt.

Viele Flüssigkeiten, wie beispielsweise die meisten Lösemittel, sind leicht entzündlich. Zur Vermeidung der Selbstentzündung im Gaskreislauf insbesondere während des Anfahrens, aber auch während des Betriebs, ist bevorzugt eine Sicherheitseinrichtung vorhanden, die die jeweiligen Zündgrenzen überwacht und im Gefahrenfall ein Inertgas in den Gaskreislauf schleust

und so die Sauerstoffkonzentration auf ungefährliche Werte senkt. Bevorzugt wird wegen der beladungserhöhenden Wirkung Stickstoff als Inertgas eingeschleust.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird im folgenden anhand einer Zeichnung näher erläutert, die schematisch die Vorrichtung und zugleich ein Verfahrensfließbild darstellt.

Hauptbestandteile der Vorrichtung sind ein gasdichter Mischbehälter 10, eine Feststoffdosiereinrichtung 12 und eine Pumpeinrichtung 14. Der Mischbehälter 10 hat einen Deckel 16 durch den sich gasdicht eine schnelllaufende Rührwerkswelle 18 erstreckt, die von einem außerhalb des Mischbehälters angeordneten Motor 20 angetrieben wird und an ihrem behälterseitigen Ende eine Feinzahnscheibe 22 aufweist. Wie durch einen Pfeil angedeutet, ist die Rührwerkswelle 18 höhenverstellbar.

Durch den konischen Boden des Mischbehälters 10 erstreckt sich eine weitere Welle 24, deren unteres Ende zum Antrieb mit einem Motor 26 und deren oberes Ende mit Mischarmen 28 verbunden ist, die gleichzeitig als Abstreifer für die Innenwandung des Mischbehälters 10 dienen.

Zum Zuführen von Flüssigphase mündet eine Leitung 30 durch den Deckel 16 in den Mischbehälter 10. Alternativ kann die Flüssigphase auch über eine Leitung 32 durch Reinigungssprühköpfe 34 in den Mischbehälter 10 gelangen. Ein Ablaßventil 36 ermöglicht die Entleerung des Mischbehälters 10. Der Mischbehälter 10 ist mittels einer Heizung 38 beheizbar.

Eine Zuleitung 40 mit einem Ventil 42 verbindet die Feststoffdosiereinrichtung 12 mit dem Mischbehälter 10. Die Feststoffdosiereinrichtung 12 besteht im wesentlichen aus einem trichterförmigen Vorratsbehälter 44, der gasdicht ausgeführt sein kann, einer unter einem Auslaß 46 des Behälters 44 angeordneten Zellenradschleuse 48 und einer in der Zuleitung 40 angeordneten Wirbelkammer 50, in die sich der Inhalt der einzelnen Kammern 52 der Zellenradschleuse 48 entleert.

Vom Deckel 16 des Mischbehälters 10 führt eine Rückführleitung 54 mit einer Filtereinheit 56 zu einem ersten Kondensator 58, der mittels Kühlschlangen oder Plattenkühlung gekühlt ist. In dem Teil der vom Mischbehälter 10 zum ersten Kondensator 58 führenden Rückführleitung 54 befindet sich eine Rückschlagklappe 60, die eine Rückströmung in den Mischbehälter 10 verhindert. Aus der Gasphase des ersten Kondensators 58 erstreckt sich die Rückführleitung 54 über eine Drossel 62 zur Saugseite der Pumpeinrichtung 14. Zwischen dem ersten Kondensator 58 und der Saugseite der Pumpeinrichtung 14 ist in der Rückführleitung 54 eine Druckmessung und -regelung 64 angeordnet.

Von der Druckseite der Pumpeinrichtung 14 führt die Rückführleitung 54 weiter in einen zweiten Kondensator 66, der ebenfalls über Kühlschlangen oder über einen Plattenkühler gekühlt ist. In den zweiten Kondensator 66 führt auch eine Befüllleitung 68. Beide Kondensatoren 58 und 66 sind kondensatseitig über Leitungen

70, 72 mit einem Kondensatsammelbehälter 74 verbunden. Um eine Überfüllung zu vermeiden, weisen beide Kondensatoren 58, 66 eine Niveauregelung auf, so daß überschüssiges Kondensat über die Leitungen 70, 72 in den Kondensatsammelbehälter 74 strömt. In den Leitungen 70, 72 ist je ein Ventil 76, 78 angeordnet. Von der Leitung 72 erstreckt sich eine Bypassleitung 80 zur Saugseite der Pumpeinrichtung 14.

Der ebenfalls mit einer Niveauregelung versehene Kondensatsammelbehälter 74 ist kondensatseitig über eine Leitung 82, in der ein Ventil 84 angeordnet ist, mit dem Mischbehälter 10 verbunden. Über eine Leitung 86 mit einem Ventil 88 kann der Inhalt des Kondensatsammelbehälters 74 abgelassen werden.

Aus der Gasphase des zweiten Kondensators 66 führt die Rückführleitung 54 über einen Druckregler 90 und eine Leitungsbeheizung 92 zu einer Sicherheitseinrichtung 94.

Die Sicherheitseinrichtung 94 besteht im wesentlichen aus einem Gasdetektor 96, der die Sauerstoffkonzentration des Gasstroms in der Rückführleitung 54 bestimmt, und einem mit einer nicht gezeigten Steuereinheit verbundenen Regelventil 98, über das Stickstoff in die Rückführleitung 54 einschleusbar ist. Ein eventuell durch die Einspeisung von Stickstoff entstehender Überdruck in der Vorrichtung kann durch ein Überdruckventil 100 in der Rückführleitung 54 entweichen. Das Überdruckventil 100 kann an ein bekanntes Reaktionsfilter angeschlossen sein, das Lösungsmittel zurückhält. Die Überwachung der Sauerstoffkonzentration zur Einhaltung eines genügend großen Sicherheitsabstandes zu den Zündgrenzen des jeweiligen Gasgemisches in der Rückführleitung 54 funktioniert auch dann, wenn die Vorrichtung nicht in Betrieb ist.

Von der Sicherheitseinrichtung 94 erstreckt sich die Rückführleitung 54 über ein Ventil 102 zur Feststoffdosiereinrichtung 12, wodurch der Gaskreislauf geschlossen ist.

Im folgenden soll eine Betriebsweise der oben beschriebenen Vorrichtung näher erläutert werden.

Durch Einschalten der Pumpeinrichtung 14 wird in der zunächst drucklosen Vorrichtung das als Transportmedium dienende Gas (beispielsweise Luft) in Zirkulation versetzt. Das aus dem Mischbehälter 10 abgesaugte Gas wird im zweiten Kondensator 66 auf einem höheren Druckniveau zwischengespeichert. Im Kondensator 66 befindet sich eine über die Befüllleitung 68 vorgegebene rezepturkompatible Flüssigkeit, durch die das von der Pumpeinrichtung 14 kommende Zirkulationsgas zur Kühlung strömt. Falls erforderlich, kann diese Flüssigkeit auch als Betriebsflüssigkeit der Pumpeinrichtung dienen.

Inzwischen ist dem Mischbehälter 10, der auf nicht gezeigten Wägezellen montiert ist, die erforderliche Menge an Flüssigkeit (beispielsweise ein Lösemittel) über die Leitung 30 oder 32 zugeführt worden. Die Motoren 20 und 26 drehen über die entsprechenden Wellen die Feinzahnscheibe 22 und den Mischarm 28.

Im Behälter 44 der Feststoffdosiereinrichtung 12

liegt der zu dosierende Feststoff vor. Zur Vermeidung von Brückenbildung im Vorratsbehälter 44 ist dieser mit nicht gezeigten Austragshilfen wie beispielsweise pneumatischen Klopfern oder Fluidisierungsböden versehen.

Über den Druckregler 90 wird dem Kondensator 66 der zum Feststofftransport benötigte Gasvolumenstrom entnommen, der durch die Rückführleitung 54 zur Feststoffdosiereinrichtung 12 fließt. In der Wirbelkammer 50 der Feststoffdosiereinrichtung 12 kommt der Gasstrom mit dem über den Auslaß 46 und die Zellenradschleuse 48 in die Wirbelkammer 50 eindosierte Feststoff in Kontakt und fördert ihn pneumatisch durch die Zuleitung 40 in den Mischbehälter 10. Der Vorratsbehälter 44 der Feststoffdosiereinrichtung 12 ist vorteilhaft gasdicht ausgeführt, kann jedoch auch atmosphärisch offen betrieben werden.

Wie aus der Figur hervorgeht, mündet die Zuleitung 40 in den Boden des Mischbehälters 10, d.h. der Feststoff wird im Unterspiegelverfahren zugeführt. Diese Art der Zuführung des Feststoffs ist jedoch nicht zwingend notwendig; abhängig vom zuzuführenden Feststoff kann dieser ebenso gut oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in den Mischbehälter 10 gelangen.

Durch Verdampfung mit der sich im Mischbehälter 10 befindenden Flüssigkeit angereichert, wird der Gasstrom von der Pumpeinrichtung 14 über die Filtereinheit 56 in die Rückführleitung 54 abgesaugt und gelangt in den ersten gekühlten Kondensator 58, in dem eine Vor-kondensation des Gasgemisches stattfindet. Der aus dem Gasstrom auskondensierte Teil der Flüssigkeit sammelt sich im unteren Bereich des Kondensators 58. Der Gasstrom verläßt den Kondensator 58 über die Drossel 62 zur Regulierung des Volumenstroms und erreicht nach Durchströmen der Pumpeinrichtung 14 den zweiten, ebenfalls gekühlten Kondensator 66, in dem eine Nachkondensation stattfindet, die durch das höhere Druckniveau in dem Kondensator 66 beschleunigt und verstärkt wird. Das nunmehr von Flüssigkeit weitgehend befreite Gas verläßt den zweiten Kondensator 66 und strömt durch einen von der Leitungsbeheizung 92 erwärmten Abschnitt der Rückführleitung 54 zurück zur Feststoffdosiereinrichtung 12, wo es wiederum mit Feststoff beladen wird. Um den durch das Absaugen von verdampfter Flüssigkeit entstandenen Flüssigkeitsverlust im Mischbehälter 10 auszugleichen, wird das in den Kondensatoren 58 und 66 anfallende Kondensat über die Leitungen 70 und 72 in den Kondensatsammelbehälter 74 und von dort über die Leitung 82 in den Mischbehälter 10 zurückgeführt. Ist die gewünschte Menge an Feststoff in den Mischbehälter 10 eindosiert worden, wird die Pumpeinrichtung 14 abgeschaltet und der im Kondensator 66 vorhandene Überdruck dazu verwendet, das gesamte in den Kondensatoren 58 und 66 sowie in dem Kondensatsammelbehälter 74 angefallene Kondensat in den Mischbehälter 10 zurückzudrücken. Damit ist gleichzeitig gewährleistet, daß sich beim Umstellen auf eine für eine andere Charge benötigte andere Flüssigkeit nicht

noch größere Mengen der vorher verwendeten Flüssigkeit in der Vorrichtung befinden. Falls im Mischbehälter 10 ein Unterdruck herrschte, wird dabei zugleich ein Druckausgleich mit der Atmosphäre durchgeführt, sodaß der Mischbehälter 10 danach ohne weiteres geöffnet werden kann.

Während des Betriebs der Vorrichtung und auch im Stillstand überwacht die Sicherheitseinrichtung 94 mit Hilfe des Gasetektors 96 ständig die Sauerstoffkonzentration im Gas und leitet dann, wenn es zu einer im Hinblick auf Selbstentzündung gefährlichen Sauerstoffkonzentration kommt, ein Schutzgas wie beispielsweise Stickstoff so lange ein, bis die Sauerstoffkonzentration in einem ungefährlichen Bereich liegt.

Zum Reinigen des Mischbehälters 10 wird eine geeignete Flüssigkeit über die Reinigungsdüsen 34 in den Mischbehälter gesprüht. Um den Mischbehälter 10 nach erfolgter Reinigung vollständig von Waschflüssigkeit zu befreien, wird er mit seiner Heizung 38 beheizt, so daß nach dem Ablassen des größten Teils der Waschflüssigkeit noch im Mischbehälter 10 verbliebene Waschflüssigkeit verdampft. Der verdampfte Teil der Waschflüssigkeit braucht nicht in der Vorrichtung zu bleiben und auch nicht an die Atmosphäre abgegeben zu werden, sondern kann mit Hilfe der beiden Kondensatoren 58 und 66 auf gleiche Weise wie oben beschrieben weitgehend zurückgewonnen werden. Die so zurückgewonnene Waschflüssigkeit wird über die Leitung 86 und das Ventil 88 aus der Vorrichtung geschleust.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Mischen pulverförmiger Feststoffe in eine Flüssigphase, bei dem der Feststoff pneumatisch in einen die Flüssigphase enthaltenden Mischbehälter (10) dosiert wird und eine sich über der Flüssigphase befindende Gasphase von einer Pumpeinrichtung (14) angesaugt wird, dadurch **gekennzeichnet**, daß vor und/oder nach der Pumpeinrichtung in der Gasphase enthaltene Flüssigkeit zumindest teilweise auskondensiert und die Gasphase in einem geschlossenen Gaskreislauf über eine Feststoffdosiereinrichtung (12) in den Mischbehälter (10) rückgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch **gekennzeichnet**, daß in der Gasphase enthaltene Flüssigkeit vor und nach der Pumpeinrichtung (14) auskondensiert wird, wobei das Druckniveau beim Auskondensieren nach der Pumpeinrichtung höher liegt als vor ihr.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch **gekennzeichnet**, daß das Auskondensieren durch Kühlen erfolgt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch **gekennzeichnet**, daß das Kondensat in den Mischbehälter (10) rückgeführt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch **gekennzeichnet**, daß Volumenstrom und Betriebsdruck geregelt werden.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch **gekennzeichnet**, daß die in den Mischbehälter (10) zurückzuführende Gasphase erwärmt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Zündgrenzen in dem geschlossenen Gaskreislauf überwacht werden und im Gefahrenfall Inertgas in den Gaskreislauf geschleust wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch **gekennzeichnet**, daß in den geschlossenen Gaskreislauf spezifisch schweres Gas geschleust wird.
9. Vorrichtung zum Mischen von pulverförmigen Feststoffen in eine Flüssigphase, mit einem gasdichten Mischbehälter (10), in dem zumindest ein Mischorgan (22, 28) angeordnet ist, einer Feststoffdosiereinrichtung (12), die mit dem Mischbehälter (10) verbunden ist, und einer Pumpeinrichtung (14), deren Saugseite mit einer über der Flüssigphase im Mischbehälter enthaltenen Gasphase in Verbindung steht, dadurch **gekennzeichnet**, daß
  - die Druckseite der Pumpeinrichtung (14) mit der Feststoffdosiereinrichtung (12) verbunden ist, so daß sich ein geschlossener Gaskreislauf ergibt, und
  - im Gaskreislauf vor und/oder nach der Pumpeinrichtung (14) zumindest ein Kondensator (58, 66) zur Flüssigkeitsabscheidung angeordnet ist.
10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch **gekennzeichnet**, daß je ein Kondensator (58, 66) vor und nach der Pumpeinrichtung (14) angeordnet ist und der Druck im Kondensator (66) nach der Pumpeinrichtung (14) höher ist als im Kondensator (58) vor der Pumpeinrichtung.
11. Vorrichtung nach Anspruch 9 oder 10, dadurch **gekennzeichnet**, daß der oder die Kondensator(en) (58, 66) gekühlt sind.
12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch **gekennzeichnet**, daß der oder die Kondensator(en) (58, 66) kondensatseitig mit dem Mischbehälter (10) verbunden sind.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11,

dadurch **gekennzeichnet**, daß der oder die Kondensator(en) (58, 66) mit einem Kondensatsammelbehälter (74) verbunden sind, der kondensatseitig mit dem Mischbehälter (10) verbunden ist.

14. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Druckseite der Pumpeinrichtung (14) über eine beheizbare Rückföhrleitung (54) mit der Feststoffdosiereinrichtung (12) verbunden ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch **gekennzeichnet**, daß in der Rückföhrleitung (54) ein Regler (64, 90) zur Einstellung von Volumenstrom und Betriebsdruck angeordnet ist.

16. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch **gekennzeichnet**, daß eine Sicherheitseinrichtung (94) zur Zündgrenzenüberwachung vorhanden ist, die im Gefahrenfall Inertgas in den Gaskreislauf schleust.

17. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch **gekennzeichnet**, daß die Gasphase im wesentlichen aus spezifisch schwerem Gas besteht.

## Claims

1. A method of mixing pulverous solids into a liquid phase, wherein the solid material is metered pneumatically into a mixing vessel (10) containing the liquid phase, and a gas phase located above the liquid phase is aspirated by a pumping means (14), **characterized** in that liquid contained in the gas phase is condensed off, at least partly, upstream and/or downstream of the pumping means, and the gas phase is recycled into the mixing vessel (10) in a closed gas circuit through a solids metering means (12).
2. The method as claimed in claim 1, characterized in that liquid contained in the gas phase is condensed off upstream and downstream of the pumping means (14), the pressure level for condensing being higher downstream of the pumping means than upstream thereof.
3. The method as claimed in claim 1 or 2, characterized in that the condensing is effected by cooling.
4. The method as claimed in any one of claims 1 to 3, characterized in that the condensate is recycled into the mixing vessel (10).

5. The method as claimed in any one of claims 1 to 4, characterized in that the volume flow and the operating pressure are controlled.

6. The method as claimed in any one of claims 1 to 5, characterized in that the gas phase to be recycled into the mixing vessel (10) is heated.

7. The method as claimed in any one of claims 1 to 6, characterized in that the ignition limits in the closed gas circuit are monitored and inert gas is introduced into the gas circuit in case of danger.

8. The method as claimed in any one of claims 1 to 7, characterized in that specifically heavy gas is introduced into the closed gas circuit.

9. An apparatus for mixing pulverous solids into a liquid phase, comprising a gas-tight mixing vessel (10) in which there is at least one mixing member (22, 28), a solids metering means (12) connected to the mixing vessel (10), and a pumping means (14) whose suction end communicates with a gas phase contained in mixing vessel above the liquid phase, **characterized** in that

- the pressure end of the pumping means (14) is connected to the solids metering means (12), thus forming a closed gas circuit, and
- at least one condenser (58, 66) is arranged in the gas circuit upstream and/or downstream of the pumping means (14) to eliminate the liquid.

10. The apparatus as claimed in claim 9, characterized in that a condenser each (58, 66) is disposed upstream and downstream of the pumping means (14) and the pressure in the condenser (66) downstream of the pumping means (14) is higher than in the condenser (58) upstream of the pumping means.

11. The apparatus as claimed in claim 9 or 10, characterized in that the condenser(s) (58, 66) is/are cooled.

12. The apparatus as claimed in any one of claims 9 to 11, characterized in that the condenser(s) (58, 66) is/are connected at the condensate end to the mixing vessel (10).

13. The apparatus as claimed in any one of claims 9 to 11, characterized in that the condenser(s) (58, 66) is/are connected to a condensate accumulating vessel (74) whose condensate end is connected to the mixing vessel (10).

14. The apparatus as claimed in any one of the preceding claims, characterized in that the pressure end of the pumping means (14) is connected to the solids

metering means (12) by a heatable return conduit (54).

15. The apparatus as claimed in claim 14, characterized in that a controller (64, 90) is arranged in the return conduit (54) for adjustment of volume flow and operating pressure. 5
16. The apparatus as claimed in any one of the preceding claims, characterized in that a safety means (94) is provided to monitor the ignition limit and introduce inert gas into the gas circuit in case of danger. 10
17. The apparatus as claimed in any one of the preceding claims, characterized in that the gas phase essentially consists of specifically heavy gas. 15

#### Revendications

1. Procédé de mélange de matériaux solides sous forme de poudre dans une phase liquide, dans lequel le matériau solide est dosé pneumatiquement dans un réservoir de mélange (10) contenant la phase liquide et une phase gazeuse se trouvant au-dessus de la phase liquide est aspirée par un moyen de pompage (14), 20  
caractérisé en ce qu'avant et/ou après le moyen de pompage du liquide contenu dans la phase gazeuse est au moins partiellement condensé et en ce que la phase gazeuse est renvoyée dans le réservoir de mélange (10) par un circuit de gaz fermé en passant par un moyen de dosage de matériau solide (12). 25  
30
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que du liquide contenu dans la phase gazeuse est extrait par condensation avant et après le moyen de pompage (14), le niveau de pression lors de l'extraction par condensation étant plus élevé après le moyen de pompage qu'avant celui-ci. 35  
40
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'extraction par condensation s'effectue par refroidissement. 45
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le condensat est renvoyé dans le réservoir de mélange (10). 50
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le débit volumique et la pression de service sont régulés. 55
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,

caractérisé en ce que la phase gazeuse à renvoyer dans le réservoir de mélange (10) est réchauffée.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que les limites d'inflammation sont surveillées dans le circuit fermé de gaz et en ce que du gaz inerte est sassingé dans le circuit fermé de gaz en cas de danger.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'un gaz spécifiquement lourd est sassingé dans le circuit fermé de gaz.
9. Dispositif pour mélanger des matériaux solides sous forme de poudre dans une phase liquide, comprenant un réservoir de mélange étanche aux gaz (10) dans lequel est disposé au moins un organe mélangeur (22, 28), un moyen de dosage de matériau solide (12) qui est relié au réservoir de mélange (10) et un moyen de pompage (14) dont le côté aspirant est en communication avec une phase gazeuse contenue dans le réservoir de mélange au-dessus de la phase liquide, caractérisé en ce que  
- le côté sous pression du moyen de pompage (14) est relié au moyen de dosage de matériau solide (12) de façon à former un circuit de gaz fermé, et en ce que  
- au moins un condenseur (58, 66) servant à séparer le liquide est disposé dans le circuit de gaz avant et/ou après le moyen de pompage (14).
10. Dispositif selon la revendication 9, caractérisé en ce que deux condenseurs (58, 66) sont respectivement disposés l'un avant et l'autre après le moyen de pompage (14) et en ce que la pression est plus élevée dans le condenseur (66) situé après le moyen de pompage (14) que dans le condenseur (58) situé avant le moyen de pompage.
11. Dispositif selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce que le ou les condenseur(s) (58, 66) sont refroidis.
12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que le ou les condenseur(s) (58, 66) sont reliés du côté du condensat au réservoir de mélange (10).
13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que le ou les condenseur(s) (58, 66) sont reliés à un récipient collecteur de condensat (74) qui est relié du côté du condensat au réservoir de mélange (10).

voir de mélange (10).

14. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le côté de pression du moyen de pompage (14) est relié au moyen de dosage du matériau solide (12) par l'intermédiaire d'une conduite de retour pouvant être chauffée (54). 5
15. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce qu'un dispositif de réglage (64, 90) du débit volumique et de la pression de service est disposé dans la conduite de retour (54). 10
16. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend un moyen de sécurité (94) servant à surveiller la limite d'inflammation, qui introduit en cas de danger un gaz inerte dans le circuit fermé de gaz. 15 20
17. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la phase gazeuse est composée essentiellement d'un gaz spécifiquement lourd. 25

30

35

40

45

50

55

