

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2014-509259

(P2014-509259A)

(43) 公表日 平成26年4月17日(2014.4.17)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B05B 7/10 (2006.01)	B05B 7/10	3L113
B05B 7/06 (2006.01)	B05B 7/06	4D076
B01J 2/04 (2006.01)	B01J 2/04	4F033
B01D 1/18 (2006.01)	B01D 1/18	4G004
F26B 3/12 (2006.01)	F26B 3/12	

審査請求 有 予備審査請求 有 (全 23 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-555758 (P2013-555758)
 (86) (22) 出願日 平成23年2月28日 (2011.2.28)
 (85) 翻訳文提出日 平成25年8月5日 (2013.8.5)
 (86) 国際出願番号 PCT/DK2011/050060
 (87) 国際公開番号 W02012/116697
 (87) 国際公開日 平成24年9月7日 (2012.9.7)

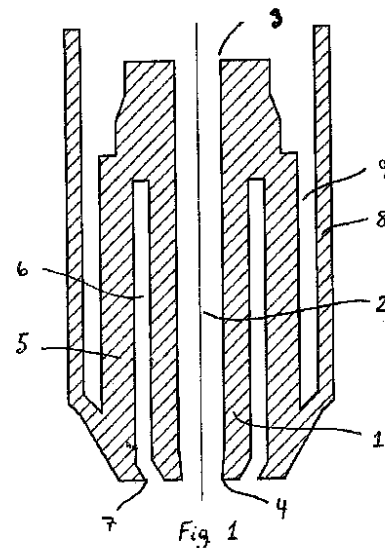
(71) 出願人 513197828
 イェア プロセス エンジニアリング ア
 グシャセルスグループ
 GEA Process Engineer
 ring A/S
 デンマーク王国 ディコー2860 セー
 ボー, グラズサックセヴァイ 305, ピ
 ー.オー. ボックス 45
 (74) 代理人 110001302
 特許業務法人北青山インターナショナル
 (72) 発明者 セーレンセン, ペール ボー
 デンマーク王国 ディコー2000 フレ
 ゼレクスベア, ペータ バングスヴァイ
 110, 2階

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 外部混合型加圧2流体ノズルおよびスプレー乾燥方法

(57) 【要約】

本明細書においては、液体の圧力と気体とによって液体を噴霧するための外部混合型加圧2流体ノズルが開示される。このノズルは、上流側端部および下流側端部の間に軸方向に延びる内側の供給液体管(1)であって、供給液体導管(2)、上流側端部に位置する供給液体流入口(3)、および下流側端部に位置する送出オリフィス(4)を有する内側の供給液体管(1)と、前記内側の供給液体管(1)の半径方向の外側に延びる同軸の第1気体管(5)であって、その第1気体管(5)および前記内側の供給液体管(1)の間に第1気体導管(6)を形成する第1気体管(5)とを含む。この第1気体管(5)は、下流側端部に位置する気体流出スリット(7)を有する。この外部混合型2流体ノズルは、気体の旋回運動を生起させ、この旋回運動が、加圧された供給液体と組み合わせられて、微小な粒子サイズのスプレー乾燥された粉末を、工業的に適用可能な容量において、かつ低エネルギー消費量において製造することを可能にする。



【選択図】 図1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

液体の圧力と気体とによって液体を噴霧するための外部混合型加圧 2 流体ノズルであって、前記ノズルは、上流側端部および下流側端部の間に軸方向に延びる内側の供給液体管 (1) であって、供給液体導管 (2)、前記上流側端部に位置する供給液体流入口 (3)、および前記下流側端部に位置する送出オリフィス (4) を有する内側の供給液体管 (1) と、前記内側の供給液体管 (1) の半径方向の外側に延びる同軸の第 1 気体管 (5) であって、前記第 1 気体管 (5) および前記内側の供給液体管 (1) の間に第 1 気体導管 (6) を形成する第 1 気体管 (5) とを含み、前記第 1 気体管 (5) は、前記下流側端部に位置する気体流出スリット (7) を有するノズルにおいて、前記ノズルが、前記第 1 気体管 (5) の半径方向の外側に延びる同軸の第 2 気体管 (8) であって、前記第 2 気体管 (8) および前記第 1 気体管 (5) の間に第 2 気体導管 (9) を形成する第 2 気体管 (8) をさらに含み、前記第 1 気体導管 (6) は前記上流側端部において閉止され、前記第 2 気体導管 (9) は前記下流側端部において閉止され、ここで、前記第 1 気体導管 (6) および前記第 2 気体導管 (9) は、気体流れの旋回運動をもたらすように調整される 1 つ以上のスロット (10) によって結合されることを特徴とするノズル。

10

【請求項 2】

請求項 1 に記載のノズルにおいて、前記気体流出スリット (7) と、前記送出オリフィス (4) とがほぼ同じ水平位置にあることを特徴とするノズル。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載のノズルにおいて、前記内側の供給液体管 (1) と、前記第 1 気体管 (5) と、前記第 2 気体管 (8) とが同心でありかつ筒状であることを特徴とするノズル。

20

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記気体流出スリット (7) が環状であることを特徴とするノズル。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記第 1 気体導管 (6) および前記第 2 気体導管 (9) を結合する前記 1 つ以上のスロット (10) が、前記内側の供給液体管 (1) の外面に対して接線方向に延びていることを特徴とするノズル。

30

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記 1 つ以上のスロットが、水平面に対して、上向きまたは下向きの角度に向けられることを特徴とするノズル。

【請求項 7】

請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記内側の供給液体管 (1) および前記第 1 気体管 (5) が、前記下流側端部において中心に向かって半径方向に先細になっていることを特徴とするノズル。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記内側の供給液体管 (1) の摩耗部分が耐摩耗性のセラミック材料製であることを特徴とするノズル。

40

【請求項 9】

請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記内側の供給液体管および / または前記第 1 気体管が、交換可能であり、および / または、1 つ以上のインサートを受け入れるように調整されること、および / または、前記第 2 気体管の外壁面がランスに装着し得るように調整されることを特徴とするノズル。

【請求項 10】

スプレー乾燥された粉末を製造するためのスプレー処理方法において、

a. 外部混合型の加圧 2 流体ノズルと乾燥チャンバとを含むスプレー乾燥装置を用意するステップであって、前記 2 流体ノズルは供給液体用および噴霧化気体用の流入口を有し、前記乾燥チャンバは、乾燥気体流入口と、使用済み乾燥気体 / 噴霧化気体用および製品

50

粉末用の出口とを有する、ステップと、

b . 前記供給液体を、前記外部混合型 2 流体ノズルから、前記乾燥チャンバ内において、液体の圧力と噴霧化気体とによって液滴にスプレーするステップと、

c . 前記液滴を粉末に乾燥するステップと、

d . 前記粉末を製品粉末用の出口から排出し、かつ、使用済みの気体を前記使用済み気体用の出口から排出するステップと、

を含み、ここで、

e . 前記供給液体は、8 b a r (g) 以上の圧力で前記ノズルに供給され、

f . 前記噴霧化気体は、0 . 2 ~ 1 0 b a r (g) の範囲の圧力で前記ノズルに供給され、

g . 前記ノズルにおける噴霧化気体の全量に旋回運動が付与され、かつ、

h . 噴霧化気体流量対供給液体流量の重量比は 0 . 1 ~ 1 0 の範囲内である、

ことを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 1】

請求項 1 0 に記載のスプレー処理方法において、前記旋回運動が、前記第 2 気体導管および前記第 1 気体導管を結合する 1 つ以上のスロットによって生成され、前記第 2 導管は、気体供給ラインに接続されると共に、第 1 気体管と、前記第 1 気体管 (5) の半径方向の外側に延びる第 2 気体管 (8) との間に形成され、前記第 1 気体導管は、内側の供給液体管と第 1 気体管との間に形成され、前記第 2 気体導管 (9) は前記下流側端部において閉止され、前記第 1 気体導管 (6) は、前記上流側端部において閉止されると共に、前記下流側端部において気体流出スリットに接続されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 2】

請求項 1 0 または 1 1 に記載のスプレー処理方法において、前記第 1 気体導管 (6) および前記第 2 気体導管 (9) を結合する前記 1 つ以上のスロット (1 0) が、前記内側の供給液体管 (1) の外面に対して接線方向に延びていることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 3】

請求項 1 0 ~ 1 2 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記液体噴霧用の気体の全量が、気体流れの旋回運動を生成するように調整される前記 1 つ以上のスロットを通過して流れることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 4】

請求項 1 0 ~ 1 3 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記液体が、1 0 ~ 1 5 0 b a r (g) の圧力で前記ノズルに供給されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 5】

請求項 1 0 ~ 1 4 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記気体が、0 . 5 ~ 5 b a r (g) の圧力で供給されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 6】

請求項 1 0 ~ 1 5 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記噴霧化気体が、5 0 ~ 4 0 0 m / s の回転速度で前記ノズルから噴射されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 7】

請求項 1 0 ~ 1 6 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記噴霧化気体が、1 0 0 ~ 2 0 0 m / s の回転速度で前記ノズルから噴射されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 8】

請求項 1 0 ~ 1 7 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記噴霧化気体流量対供給液体流量の重量比が 0 . 5 ~ 5 であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 1 9】

請求項 1 0 ~ 1 8 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記液滴の平均

10

20

30

40

50

サイズが30 μm未満であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項20】

請求項10～19のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記粉末粒子の平均サイズが25 μm未満であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項21】

請求項10～20のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記粉末粒子の平均サイズが10 μm未満であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項22】

請求項10～19のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記外部混合型2流体ノズルの液体流量容量が100 kg/h以上であることを特徴とするスプレー処理方法。

10

【請求項23】

請求項10～20に記載のスプレー処理方法において、前記外部混合型2流体ノズルが、請求項1～9のいずれか一項に記載のノズルであることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項24】

請求項10～21に記載のスプレー処理方法において、スプレー乾燥装置の中に2つ以上の外部混合型2流体ノズルが設けられることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項25】

請求項10～22のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記スプレー乾燥される粉末が、リチウムイオン電池用粉末、電池用粉末、ポリマー粉末、デンプンまたはゼラチン粉末、コーヒー粉末、摩耗性供給物の粉末、無機材料粉末、硬質金属粉末、薬品粉末、および凝固粉末からなる群から選択されることを特徴とするスプレー処理方法。

20

【請求項26】

リチウムイオン電池用粉末、電池用粉末、ポリマー粉末、デンプンまたはゼラチン粉末、コーヒー粉末、摩耗性供給物の粉末、無機材料粉末、硬質金属粉末、薬品粉末、および凝固粉末からなる群から選択されるスプレー乾燥粉末製造のための、請求項1～9のいずれか一項に記載の外部混合型2流体ノズルの使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、液体の圧力と気体とによって液体を噴霧するための外部混合型加圧2流体ノズルに関する。このノズルは、上流側端部および下流側端部の間に軸方向に延びる内側の供給液体管であって、供給液体導管と、上流側端部に位置する供給液体流入口と、下流側端部に位置する送出オリフィスとを有する内側の供給液体管と、その内側の供給液体管の半径方向の外側に延びる同軸の第1気体管であって、その第1気体管および前記内側の供給液体管の間に第1気体導管を形成する第1気体管を含む。この第1気体管は、下流側端部に位置する気体流出スリットを有する。本発明は、さらに、液体圧力と気体とによって液滴を生成する外部混合型加圧2流体ノズルを用いて、スプレー乾燥された粉末を製造するためのスプレー処理方法に関する。さらに加えて、本発明は、スプレー乾燥された粉末を製造するための前記外部混合型加圧2流体ノズルの使用に関する。

40

【背景技術】

【0002】

スプレー乾燥は、粒子の形成と乾燥との両者を含む乾燥プロセスである。それは、供給物、通常は液体の濃縮物のスプレーへの噴霧化と、そのスプレーおよび乾燥媒体の間の接触とを包含する。スプレーの形成（噴霧化）、およびスプレーの乾燥媒体との接触は、ノズルを用いて実現することができる。

【0003】

空気ノズルによる噴霧化は、液体供給物を高速の気体と衝突させる過程を含んでいる。高速の気体は、高い摩擦力を生成し、液体供給物をスプレーの液滴に分解する。供給液体

50

は、2段階において破碎されると信じられている。第1段階は、液体供給物をフィラメントまたは大きな液滴に裂開する過程である。第2段階は、これらの液体形成物をさらに小さい液滴に破碎することによって噴霧化を完成する過程である。全プロセスは、液体供給物の表面張力、密度、圧力および粘度の大きさと、気体流れの速度および密度とによって影響を受ける。

【0004】

噴霧化に必要な液体 - 気体接触の条件を作り出すために、種々の設計技術を用いることができる。Keith Masters著「スプレー乾燥 (Spray drying)」、1991年版、p251に記述されているように、この設計は4つの範疇に分類することができる。すなわち、

- (1) 液体供給物および噴霧化気体がノズルヘッドの内部で接触する内部混合方式と、
- (2) 液体供給物および噴霧化気体がノズルヘッドの外部で接触する外部混合方式と、
- (3) ノズルヘッド内部において2つの噴霧化気体流れを用いることによる内部混合および外部混合の組合せ方式(3流体ノズル)と、
- (4) 供給液体および噴霧化気体が回転ノズルヘッドのリムにおいて接触する空気カップ噴霧化方式と、である。

【0005】

設計技術が異なると、得られる特性が異なり、最終的な噴霧生成物の結果が違うものになる。最初の2つの範疇においては、供給液体および噴霧化気体が別個にノズルに送られる。通常、2流体ノズル(two-fluid nozzle:TFN)と呼称されるこのようなノズルは、特に、スプレー乾燥プラントおよび流動床凝集における液体の噴霧化用として用いられる。液体は、溶液、分散液または純粋物質の形態とすることができる。特に、2流体ノズルは、微小な液滴が目的である場合、あるいは、流体を液滴に破碎するのに噴霧化気体の形態の付加的な噴霧化エネルギーが必要である場合に、流体を噴霧する時に使用される。第3および第4範疇のノズル設計は、本出願の主題ではない。

【0006】

内部混合型TFNは、外部混合型TFNに比べて、気体および液体の2流体が乾燥チャンバの周囲大気中に流入する前に気体および液体が混合されるという利点を有する。しかし、内部混合を提供するノズルは、摩耗性の供給物を取り扱うには必ずしも適していない。内部混合が機器の摩耗を増進するからである。気体/液体の内部混合を備えた従来型の2流体ノズルは、また、完全乾燥をもたらし、それによって混合チャンバを閉塞させるというリスクを有する。

【0007】

内部混合型のノズルは効率的な液体 - 気体反応をもたらすという可能性を有するが、内部の流路形成および流路寸法によって容量的に制限される。ノズルの内部部品は、気体 - 液体の混合を改善するように意図されるが、同時に流れを攪乱させ、液滴サイズの分布の幅を増大させる結果を招く。内部部品は、一般的に、取り扱い、清浄化を複雑化し、摩耗の原因にもなる。さらに、粘性の液体供給物は処理が困難な場合がある。

【0008】

内部混合型のノズルの例は当分野ではよく知られている。米国特許第7,694,944号明細書(譲受人GEA Niro)は、気体がノズルの軸方向に供給されるノズルを開示している。このノズルは、1つの混合チャンバと、1つ以上の液体流入口と、混合チャンバへの少なくとも1つの接線方向の気体流入口とを含む。商業的に入手可能なある1つの内部混合型ノズルにおいては、噴霧化気体が別個のパイプから接線方向に供給されるが、これはノズルの半径方向の寸法に影響を及ぼす。さらに、この先行技術のノズルの混合チャンバは、構造的条件からの結果としての端部と障害物とを含む。国際公開第00/58014号パンフレットは、混合チャンバへの接線方向の気体流入口と横方向の液体流入口とを有するノズルの形態の噴霧器を開示しているが、このノズルは、その形状のために混合が不十分になる欠点を免れない。

【0009】

2流体ノズルの性能評価の基準は、平均液滴サイズと、液滴サイズ分布の幅と、特に比気体消費量とである。この比気体消費量は、所要量の液体を噴霧するのに使用される気体の量を意味し、気体対供給物比とも呼称される。生成物の品質に焦点を合わせた基準に加えて、2流体ノズルの製造容量も - 特に商業的な観点から - 非常に重要である。さらに、クリーンな技術の追求の高まりとエネルギー価格の上昇とによって、スプレー方法によって運転および製造する場合のエネルギー消費量に関する付加的な要求も高くなっている。

【0010】

外部混合型TFNがその制約に直面する場合は、気体および液体の接触および混合が不十分になる。外部混合型TFNにおいては、気体が、通常リング形状の開口を通してノズルから流出した後に液体と混合するが、この外部混合型TFNは、気体出口における間隙が非常に大きくなって、その結果、気体の大部分が、液体と反応せずに乾燥チャンバの周囲大気の中に消失するような状況になった時に、その限界に直面する。外部混合型TFNの場合は、気体の自由膨張によって、液体の破碎にエネルギーを加える代わりに、エネルギーが部分的に周囲に失われるという欠点を有する。先行技術においては、この問題に注意が払われてきた。

10

【0011】

別のタイプのノズルは液体の加圧を利用する。これは、供給濃縮物が加圧されてノズルに供給されることを意味する。圧力エネルギーは運動エネルギーに変換され、供給物は、ノズルのオリフィスから高速の膜として流出し、この高速の膜は、不安定なので容易にスプレーに分解される。高い供給速度を取り扱う圧力ノズルからのスプレーは、一般的に均質ではなく、また粗大である。

20

【0012】

欧州特許第408、801B1号明細書は、運転開始の期間において低圧力が印加される場合においても、微小液滴が生成されるので満足に機能し得る低加圧液体の内部混合型2流体ノズルを示している。このスプレーノズルユニットには、圧力ノズルと空気ノズルとの間に、流出空気流れの一部に旋回運動を付与する気体スリットが設けられる。

【0013】

本発明は、噴霧化気体を効率的に使用する高加圧液体の外部混合型2流体ノズルに関する。本分野においては、空気ノズルは、高コストの圧縮空気と低いノズル効率とに関係するので不利であることがよく知られている。さらに、既存の従来型の2流体スプレーノズルユニットのいくつかに関わる短所は、非常に微小な液滴が必要である場合には容量が限られるという点である。本発明の目的は、エネルギー効率的であり、高い容量を提供し、しかも微小な液滴を生成する外部混合型加圧2流体ノズルを提供することにある。

30

【発明の概要】

【0014】

本発明は、液体の圧力と気体とによって液体を噴霧するための外部混合型加圧2流体ノズルに関する。このノズルは、上流側端部および下流側端部の間に軸方向に延びる内側の供給液体管であって、供給液体導管と、上流側端部に位置する供給液体流入口と、下流側端部に位置する送出オリフィスとを有する内側の供給液体管と、その内側の供給液体管の半径方向の外側に延びる同軸の第1気体管であって、その第1気体管および前記内側の供給液体管の間に第1気体導管を形成する第1気体管を含む。この第1気体管は、下流側端部に位置する気体流出スリットを有する。このノズルは、さらに、前記第1気体管の半径方向の外側に延びる同軸の第2気体管であって、その第2気体管および前記第1気体管の間に第2気体導管を形成する第2気体管を含む。第1気体導管は上流側端部において閉止され、第2気体導管は下流側端部において閉止される。この場合、第1気体導管および第2気体導管は、気体流れの旋回運動をもたらすように調整される1つ以上のスロットによって結合される。

40

【0015】

上記の設計による外部混合型2流体ノズルを用いたスプレー乾燥方法は、所要の平均粒子サイズとその分布の幅とを保持した上で高い製造容量を提供することが証明された。外

50

部混合型の先行技術によるノズルの場合に、スプレー乾燥用途において微小な粒子を生成すると、液体流量の増大によって気体出口の間隙の拡大が必要になるので、あるいはその代わりに、圧力の増大が必要になるので、容量が制限される。その結果、気体の大部分が、液体と反応せずに周囲大気中に消失する。しかし、本発明による外部混合型2流体ノズルによれば、流出スリットにおける気体流れのパターンが、低減された気体流量しか必要としないように設計されるので、供給液体が相当の圧力で供給された場合、液体との高い反応が確保される。

【0016】

本発明によれば、液体は高められた液体圧力によって予備噴霧されて薄い膜を形成し、引き続いてこの薄い膜が、加圧された気体によって微小な液滴に噴霧される。通常、液体圧力を用いる先行技術のノズルにおいては、この予備噴霧が同じ程度には形成されない。先行技術のノズルにおける液滴の形成は、通常、殆ど高速の気体によるものであるが、この高速の気体による噴霧化は、高い容量においては、背景技術の項に記述したように制限を受け易く、また特に、大きな粒子サイズと幅の広い分布とをもたらす不完全な噴霧化になり易いのである。

10

【0017】

本発明の外部混合型2流体ノズルは、意外にも、分布の幅が小さい粉末を形成する。この分布の幅は、粒子サイズの分布がどの程度の幅であるかを表す。特定の粒子サイズを目指す場合には、狭い分布が望ましい。液滴サイズの分布の幅が広いことは一般的には不利である。分布の幅は $(d_{90} - d_{10}) / d_{50}$ として評価されるが、本発明のノズルの場合、この値が、通常、1~2の範囲内に見出される。

20

【0018】

ノズルの2つの気体導管の内部において、気体の流れを、2つの気体導管を結合する1つ以上のスロットを通して導くことによって、旋回運動を生じさせる。本発明による加圧2流体ノズルが提供する噴霧機構の設計および有効性によって、高粘度の液体を、工業的に適用し得る供給速度において噴霧することが可能になる。さらに、気体の完全な旋回運動と組み合わせられた液体の予備噴霧の形成によって、低流量の気体による液体供給物の噴霧が可能になる。

【0019】

さらに、本発明によるノズルが摩耗性の供給液体の取り扱いによく適している点であるが、高いせん断噴霧化がノズルそのものの外側で生起すること、および、気体および液体間の接触が外部で行われるために、完全乾燥が生じそれによってノズルが閉塞するというリスクが回避されることが、このノズルの有利な点である。

30

【0020】

本発明の好ましい一態様においては、気体流出スリットと、送出オリフィスとがほぼ同じ水平位置にある。この特徴の効果は、外部混合が確実に行われること、すなわち、供給液体および噴霧化気体がノズルの敏感な構成要素の外側で混合されるということである。内側の供給液体管は、第1気体管の先端に対して、あまり大きくない程度、例えば+/-5mm程度だけ引込めるか、あるいは突き出させることができる。

【0021】

通常、内側の供給液体管と第1気体管と第2気体管とは、同心でありかつ筒状である。同心かつ筒状の設計によって、噴霧化気体の均一な処理がもたらされ、それによって、気体流出スリットに沿う流れのパターンが一様になる。さらに、好ましいいくつかの実施形態においては、気体流出スリットは、均等な気体分散が形成されるように環状になっており、それによって、乾燥チャンバの限定された容積内部に液滴の雲が形成される。

40

【0022】

本発明の一態様によれば、第1気体導管および第2気体導管を結合する1つ以上のスロットが、内側の供給液体管の外側に対して接線方向に延びている。この特徴によって、気体が第2気体導管から1つ以上のスロットを通して第1気体導管に流入すると気体の旋回運動が生じるように、1つ以上のスロットが調整される。ノズルが1つより多いスロット

50

を保有する場合には、スロットが内側の供給液体管に対して同じ向きにおいて接線方向に延びていることが重要である。これは、すべてのスロットを、内側の供給液体管の周りに気体が同じ時計回りまたは反時計回りの方向に流れるように設けて、それによって気体の旋回運動を強化するべきであることを意味している。

【 0 0 2 3 】

本発明による2流体ノズルは、全気体流れが、旋回運動を生じるように調整される1つ以上のスロットを通過して流れる方式である。発明者らは、欧州特許第408、801B1号明細書に示唆されているように気体の一部分のみが旋回運動をもたらす手段を通過して流れる方式に比べて、本発明の設計によってより強い旋回運動が与えられることを見出した。これによって、ノズルの全体的な気体流量を低減し得る結果をもたらされる。しかし、液体供給物の加圧による液体の予備噴霧によって、要求される噴霧化気体の量は低位レベルでよいのである。ところが、気体の旋回運動によって、液体に旋回/回転運動が付与されることになり、液体の噴霧化が改善される。

10

【 0 0 2 4 】

1つ以上のスロットは、水平面に対して、例えば+/-5°以上の上向きまたは下向きの角度に向けることができる。個々のスロットは、第1気体管に沿って異なる水平高さ位置に配置することができる。

【 0 0 2 5 】

ノズルの下流側端部に先細になる部分を設けることによって、平均液滴サイズ分布および液滴サイズ分布の幅の両者を改善することができる。この先細の形態は、垂直面に対して5°~80°、さらに好ましくは10°~45°の角度にすることができる。

20

【 0 0 2 6 】

本発明による2流体ノズルは、任意の適切な材料において調製することができる。しかし、供給液体の摩耗性が非常に高い場合は、少なくとも内側の供給液体管の摩耗部分は、例えばセラミック材料などの耐摩耗材料製とすることが有利である可能性がある。

【 0 0 2 7 】

本発明のノズルを種々のプロセス条件および供給液体に適応させるために、内側の供給液体管および/または第1気体管を、交換可能にすること、および/または、1つ以上のインサートを受け入れるように調整することができる。かつ/または、第2気体管の外壁面をランスに装着し得るように調整することができる。この設計は、同心の管と、その下流側の端部に装着される本明細書に記載のノズルヘッドとを備えたノズルランスとすることが可能である。このようなノズルヘッドおよびその部品は、当該供給容量に適合するように、交換可能にすることができる。

30

【 0 0 2 8 】

本発明は、さらに、スプレー乾燥された粉末を製造するためのスプレー処理方法にも関する。この方法は次の各ステップを含む。すなわち、外部混合型の2流体ノズルと乾燥チャンバとを含むスプレー乾燥装置を用意するステップであって、前記2流体ノズルは供給液体用および噴霧化気体用の流入口を有し、前記乾燥チャンバは、乾燥気体流入口と、使用済み乾燥気体/噴霧化気体用および製品粉末用の出口とを有する、ステップと、供給液体を、外部混合型2流体ノズルから、乾燥チャンバ内において、液体の圧力と噴霧化気体とによって液滴にスプレーするステップと、その液滴を粉末に乾燥するステップと、その粉末を製品粉末用の出口から排出し、かつ、使用済みの気体を使用済み気体用の出口から排出するステップと、である。この場合、噴霧化気体は、0.2~10bar(g)の範囲の圧力でノズルに供給され、ノズルにおける噴霧化気体の全量に旋回運動が付与され、供給液体は、8bar(g)以上の圧力でノズルに供給され、噴霧化気体流量対供給液体流量の重量比は0.1~10の範囲内である。

40

【 0 0 2 9 】

発明者らは、意外にも、噴霧化気体に旋回運動を付与する2流体ノズルに、加圧された液体供給物を供給すると、50μm未満の平均粒子サイズの粉末の製造に必要な気体圧力を結果的に低下させ得ることを見出した。従来型の2流体ノズルに比較して、本発明によ

50

る外部混合型２流体ノズルはそのエネルギー消費量が少ない。これは、現在、高められた液体圧力によって供給される噴霧用のエネルギー入力が、高められた空気圧力によって供給されるエネルギー入力に比べてより効率的に利用されるからであると信じられている。従来型の２流体ノズルは、噴霧用として、加圧された気体を利用するが、本発明による外部混合型２流体ノズルは、加圧液体および加圧気体の組合せを利用する。さらに、外部混合方式の従来型２流体ノズルを用いると、非常に微小な液滴が必要である場合には、容量が制限される可能性があるが、本発明による２流体ノズルは、いくつかの実施形態においては、例えば500kg/hまでの高い液体処理容量を有するであろう。

【0030】

旋回運動はいくつかの手段によって発生させることができる。この手段には、ノズル内の噴霧化気体の通路における傾斜スラット、ノズル内に形成される曲がりくねった気体流路などが含まれる。本発明の好ましい一態様によれば、旋回運動が、第２気体導管および第１気体導管を結合する１つ以上のスロットによって生成される。この場合、前記第２導管は、気体供給ラインに接続されると共に、第１気体管と、第１気体管の半径方向の外側に延びる第２気体管との間に形成され、前記第１気体導管は、内側の供給液体管と第１気体管との間に形成される。さらに、前記第２気体導管は下流側端部において閉止され、前記第１気体導管は、上流側端部において閉止されると共に、下流側端部において気体流出スリットに接続される。特定の一実施形態においては、上記の方法に用いられる外部混合型２流体ノズルが、添付の請求項に開示されるノズルである。

10

【0031】

ノズルのスロットは、気体の流れに不必要な摩擦を加えることなく、噴霧化気体に必要な旋回を付与するように設計される。特定の一実施形態においては、第１気体導管および第２気体導管を結合する１つ以上のスロットが、内側の供給液体管の外面对して接線方向に延びている。気体の全量がこの１つ以上のスロットを通して導かれるので、気体の完全な旋回運動が得られる。気体の旋回運動は、液体に旋回／回転運動を付与することによって、液体の噴霧化を改善する。

20

【0032】

供給液体には、乾燥チャンバ内に噴射する前に、ある特定の圧力が加えられる。この圧力は、本発明の利点を得るべきであるならば、通常5bar(g)以上である。好ましい一態様においては、液体は10～150bar(g)の圧力でノズルに供給される。一般的に、高粘度の供給液体は、低粘度の供給液体よりも高い供給液体圧力を必要とする。

30

【0033】

噴霧化気体は、少なくとも0.2bar(g)の圧力でノズルに供給される。この圧力は、プロセスの経済のために、通常、10bar(g)を超えない。好ましい一態様においては、噴霧化気体が、0.5～5bar(g)の圧力、より好ましくは1～2bar(g)の圧力で供給される。

【0034】

噴霧化気体の十分な旋回を得るために、噴霧化気体は30m/s以上の回転速度でノズルから噴射される。回転速度は500m/sを超えないことが適切である。好ましい一実施形態においては、噴霧化気体は、50m/s～400m/s、通常100～200m/sの範囲の回転速度でノズルから噴射される。

40

【0035】

本発明の利点は、噴霧化気体および供給液体の加圧を組み合わせることによって、噴霧化気体の加圧を主とする場合よりもエネルギー消費量が低下するという点にある。本発明によれば、噴霧化気体流量対供給液体流量の重量比は0.1～10の範囲、適切にはこの比は0.5～5の範囲、さらに適切には1～3の範囲である。

【0036】

本発明の方法は、種々のサイズおよび分布の液滴を生成できる。本発明は、微小な液滴を生成する場合にその殆どの利点を発揮する。従って、好ましい一態様においては、液滴の平均サイズが30μm未満である。

50

【0037】

本発明は、高い液体の流量容量と組み合わせる微小なサイズの液滴を生成し得るという重要な特徴を有する。本発明の特定の一実施形態においては、外部混合型2流体ノズルの液体流量容量は100kg/h以上である。

【0038】

本発明の一態様によれば、スプレー乾燥装置の中に2つ以上の外部混合型加圧2流体ノズルが設けられる。ノズルを通過する供給液体流量が高められた液体圧力において制御されるので、多数個のノズル間に液体を配分することが容易に可能になるであろう。

【0039】

本発明の方法によって製造される粉末は種々の材料のものとする事ができる。通常、スプレー乾燥される粉末は、リチウムイオン電池または他の2次電池に使用する粉末、ポリマー粉末、デンプンまたはゼラチン粉末、コーヒー粉末、摩耗性供給物の粉末、無機材料粉末、硬質金属粉末、薬品粉末、および凝固粉末からなる群から選択される。

10

【0040】

本発明の方法は、従来型のノズルを用いるプロセスに比べて高い乾物質含有量を有する供給物の処理を可能にするものとして、高粘度の液体に適していることが判明している。この方法は、さらに、外部混合の利点、すなわち、摩耗性の供給物から製品をスプレー乾燥するのに特に適したスプレー処理方法を構成するという利点を有する。

【0041】

噴霧化気体は、空気、窒素、二酸化炭素、あるいは他の任意の適切な気体とすることができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0042】

【図1】図1は、本発明の一実施形態における外部混合型加圧2流体ノズルの軸に沿う断面図である。

【図2】図2は、本発明の一実施形態における外部混合型加圧2流体ノズルの、気体導管と結合スロットとの両者が存在する軸方向位置における半径方向の断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0043】

以下に、本発明の実施形態を、図1および図2を参照して詳細に記述する。

30

【0044】

外部混合型加圧2流体ノズルには、ノズルの上流側端部および下流側端部の間に軸方向に延びる内側の供給液体管(1)が設けられる。この内側の供給液体管(1)は、供給液体導管(2)を構成する流路を形成する。内側の供給液体管の上流側端部には、供給液体が供給液体導管(2)に流入し得る供給液体流入口(3)があり、内側の供給液体管(1)の下流側端部には、液体供給物が液体供給物導管(2)から流出し得る送出オリフィス(4)がある。内側の供給液体管(1)を第1気体管(5)が取り囲んでいる。この第1気体管(5)は、内側の供給液体管(1)の外側にそれと同軸に延びている。第1気体管(5)の半径は内側の供給液体管(1)の半径より大きく、第1気体管(5)は、内側の供給液体管(1)の壁面から離れた管壁を構成し、従って、内側の供給液体管(1)と第1気体管(5)との間に第1気体導管(6)を形成する。第1気体管には、ノズルの下流側端部において気体流出スリット(7)が設けられる。第1気体導管は、ノズルの全長を貫通して延びているのではなく、ノズルの上流側端部において閉止されている。第1気体管(5)を、第1気体管(5)の半径方向の外側に延びる第2気体管(8)が取り囲んでいる。そのため、第2気体管(8)の半径は第1気体管(5)の半径より大きい。第1気体管および第2気体管の壁面は間隔を開けて離されており、従って、第1気体管および第2気体管の管壁の間に第2気体導管(9)が形成される。第2気体導管(9)は、ノズルの上流側端部においては開放されているが、下流側端部において閉止されている。このノズルは、第1気体管(5)に設けられる1つ以上のスロット(10)を特徴として備えている。この1つ以上のスロットは第1気体管(5)の壁面を貫通しており、これによって

40

50

第1気体導管および第2気体導管を結合する。この1つ以上のスロット(10)は、気体流れの旋回運動を生成するように調整される。

【0045】

外部混合型2流体ノズルの運転中、液体供給物のストリームは、通常、供給液体流入口(3)においてノズルに流入し、供給液体導管(2)を経てノズルを軸方向に流れる。すなわち、供給液体はノズルを貫通して下流側に流れ、供給液体のストリームは、送出オリフィス(4)においてノズルから流出する。噴霧化気体は、当初、供給液体のストリームに平行に、同じ下流側の方向に流れる。噴霧化気体は、上流側端部において、ノズルの第2気体管(8)の第2気体導管(9)であって上流側端部が開放されている第2気体導管(9)の中に流入する。噴霧化気体は、第2気体導管(9)から、4個のスロット(10)を10
通って第1気体管(5)の第1気体導管(6)の中に流入する。噴霧化気体が1つ以上のスロット(10)を10
通って流れる際に、噴霧化気体は旋回運動を獲得する。噴霧化気体は、旋回運動を維持して、第1気体導管(6)を10
通って流れ、気体流出スリット(7)から流出する。

【0046】

本開示の以下の請求項においては、bar(g)という用語は、周囲大気の大気圧より上のbar単位の圧力のことを言う。本明細書および請求項がスプレー処理またはスプレー乾燥に言及する場合は、この用語には、種々の異なるスプレー方法および処理方法が20
含まれる。すなわち、スプレー乾燥、スプレー凝固、およびスプレー造粒が含まれる。スプレー凝固を行う場合は、乾燥気体が冷却気体に置き換えられることは当業者が理解するところであろう。

【0047】

本発明によって製造されるリチウムイオン電池に使用する粉末は、再充電可能電池に使用する任意の種類のリチウムイオン塩とすることができる。本発明の方法によって製造される粉末は、単なる例であるが、次の材料、すなわち、リチウムコバルト酸化物、リチウム鉄リン酸塩または他のポリアニオン、 $LiNiO_2$ またはリチウムマンガン酸化物または他のスピネルのもの20
とすることができる。リチウムイオン電池に使用する粉末以外の他の2次電池の粉末もこの方法によって製造することができる。また、粉末材料は、 $LiCo_{1/3}Ni_{1/3}Mn_{1/3}O_2$ のような塩の混合物とすることもできる。場合によっては、粉末にアルミニウム、ニオブまたはジルコニウムをドープすることができる30
。

【実施例】

【0048】

実施例1

リチウムイオン電池粉末のスプレー乾燥

リチウムイオン電池の粉末を、GEA Niro SD6.3パイロットスプレー乾燥機において、外部混合方式の従来型2流体ノズルと、本発明によるGEA Niro COMBI-NOZZLE(商標)とを用いてスプレー乾燥した。結果を表1に示す。

表 1:

		従来型 2流体ノズル	GEA Niro COMBI-NOZZLE™
液体供給速度	kg/h	15	13
空気消費量	kg/h	30	22
空気圧力	bar(g)	3	2
供給圧力	bar(g)	0.5	11
空気対液体比	kg/kg	1.8	1.7
平均粒子サイズ	μm	14	7
粒子サイズ分布の幅	n	2.1	1.8

10

【 0 0 4 9 】

実施例 2

e - P V Cラテックスのスプレー乾燥

e - P V Cラテックスは、多くの場合、微小な粉末粒子を作製するためにスプレー乾燥され、通常、この目的のためには多数の従来型 2 流体ノズルが必要になる。それは、約 20 ミクロンの必要平均粒子サイズを作製するには、これらのノズルの最大容量がおよそ 50 ~ 65 k g / h であるからである。本発明によるノズルを適用することによって、大幅に低い圧縮空気の使用量でより小さい平均粒子サイズを実現することが可能になる。さらに、C O M B I - N O Z Z L E (商 標) の液体供給容量は、200 k g / h、500 k g / h、あるいはそれより多くにすることが可能である。

20

表 2:

ノズルタイプ		従来型 2 流体ノズル			GEA Niro COMBI-NOZZLE™		
空気対供給物比	kg/kg	1	1.25	1.5	1	1.25	1.5
平均粒子サイズ	μm	38	33	28	33	23	17

30

【 0 0 5 0 】

実施例 3

高粘度溶融物の噴霧

ポリマーの高粘度溶融物を、C O M B I - N O Z Z L E (商 標) を用いて以下の条件でスプレー凝固させた。従来型の噴霧技術の場合は、液滴の形成の貧弱さから生じるフィラメントの形成によって、溶融物を満足し得る形で凝固させることができなかった。

40

表 3:

溶融物供給速度	kg/h	95
液体圧力	bar(g)	100
空気対液体比	kg/kg	1.4
平均粒子サイズ	μm	21

10

【 0 0 5 1 】

実施例 4

液滴サイズの分布の幅の制御

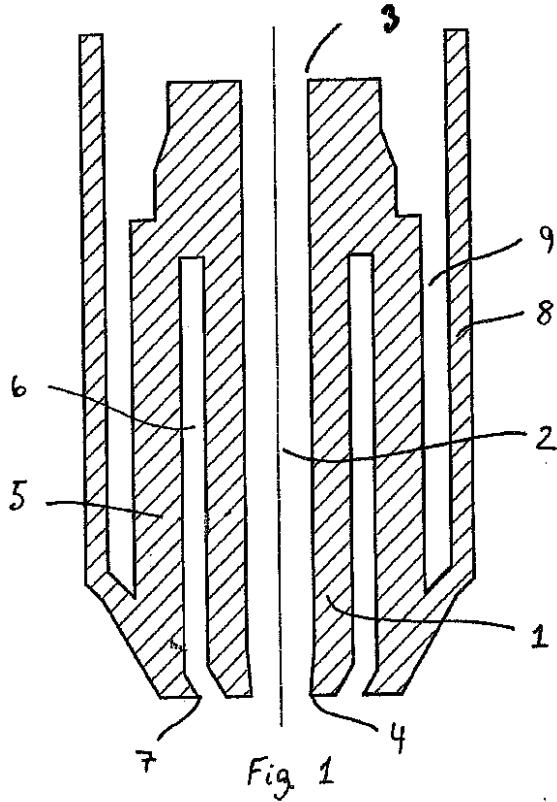
COMBI-NOZZLE (商標) によって得られる液滴サイズの分布の幅を、水をスプレーして試験した。分布の幅は、液体噴射ノズルの理論的なスプレー角度を変化させることによって影響を受けた。Malvern 液滴サイズ測定装置を用いて、以下の結果を得た。

表 4:

理論的なスプレー角度	度 (°)	50	65	80
平均粒子サイズ	μm	18	15	13
液滴サイズの分布の幅	n	0.95	1.1	1.2

20

【図 1】



【図 2】

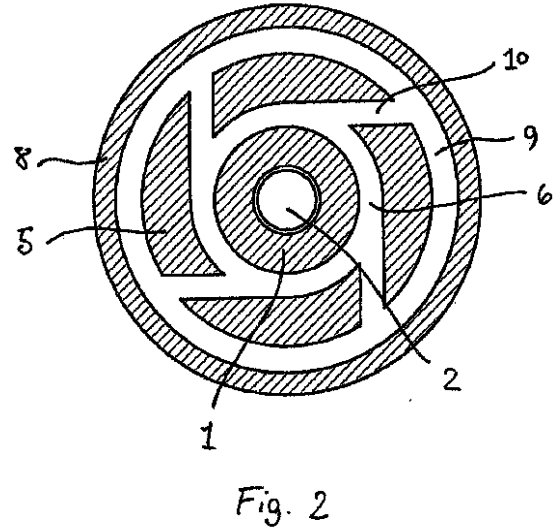


Fig. 2

【手続補正書】

【提出日】平成25年2月14日(2013.2.14)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体の圧力と気体とによって液体を噴霧するための外部混合型加圧 2 流体ノズルを備えるスプレー乾燥装置であって、前記ノズルは、上流側端部および下流側端部の間に軸方向に延びる内側の供給液体管 (1) であって、供給液体導管 (2)、前記上流側端部に位置する供給液体流入口 (3)、および前記下流側端部に位置する送出オリフィス (4) を有する内側の供給液体管 (1) と、前記内側の供給液体管 (1) の半径方向の外側に延びる同軸の第 1 気体管 (5) であって、前記第 1 気体管 (5) および前記内側の供給液体管 (1) の間に第 1 気体導管 (6) を形成する第 1 気体管 (5) とを含み、前記第 1 気体管 (5) は、前記下流側端部に位置する気体流出スリット (7) を有するスプレー乾燥装置において、前記ノズルが、前記第 1 気体管 (5) の半径方向の外側に延びる同軸の第 2 気体管 (8) であって、前記第 2 気体管 (8) および前記第 1 気体管 (5) の間に第 2 気体導管 (9) を形成する第 2 気体管 (8) をさらに含み、前記第 1 気体導管 (6) は前記上流側端部において閉止され、前記第 2 気体導管 (9) は前記下流側端部において閉止され、ここで、前記第 1 気体導管 (6) および前記第 2 気体導管 (9) は、気体流れの巡回運動をもたらすように調整される 1 つ以上のスロット (10) によって結合されることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 2】

請求項 1 に記載のノズルにおいて、前記気体流出スリット (7) と、前記送出オリフィス (4) とがほぼ同じ水平位置にあることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載のノズルにおいて、前記内側の供給液体管 (1) と、前記第 1 気体管 (5) と、前記第 2 気体管 (8) とが同心でありかつ筒状であることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記気体流出スリット (7) が環状であることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記第 1 気体導管 (6) および前記第 2 気体導管 (9) を結合する前記 1 つ以上のスロット (10) が、前記内側の供給液体管 (1) の外面に対して接線方向に延びていることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記 1 つ以上のスロットが、水平面に対して、上向きまたは下向きの角度に向けられることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 7】

請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記内側の供給液体管 (1) および前記第 1 気体管 (5) が、前記下流側端部において中心に向かって半径方向に先細になっていることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載のノズルにおいて、前記内側の供給液体管 (1) の摩耗部分が耐摩耗性のセラミック材料製であることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 9】

請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載のスプレー乾燥装置において、前記内側の供給液体管および / または前記第 1 気体管が、交換可能であり、および / または、1 つ以上のインサートを受け入れるように調整されること、および / または、前記第 2 気体管の外壁面がランスに装着し得るように調整されることを特徴とするスプレー乾燥装置。

【請求項 10】

スプレー乾燥された粉末を製造するためのスプレー処理方法において、

a . 外部混合型の加圧 2 流体ノズルと乾燥チャンバとを含むスプレー乾燥装置を用意するステップであって、前記 2 流体ノズルは供給液体用および噴霧化気体用の流入口を有し、前記乾燥チャンバは、乾燥気体流入口と、使用済み乾燥気体 / 噴霧化気体用および製品粉末用の出口とを有する、ステップと、

b . 前記供給液体を、前記外部混合型 2 流体ノズルから、前記乾燥チャンバ内において、液体の圧力と噴霧化気体とによって液滴にスプレーするステップと、

c . 前記液滴を粉末に乾燥するステップと、

d . 前記粉末を製品粉末用の出口から排出し、かつ、使用済みの気体を前記使用済み気体用の出口から排出するステップと、
を含み、ここで、

e . 前記供給液体は、8 b a r (g) 以上の圧力で前記ノズルに供給され、

f . 前記噴霧化気体は、0 . 2 ~ 1 0 b a r (g) の範囲の圧力で前記ノズルに供給され、

g . 前記ノズルにおける噴霧化気体の全量に旋回運動が付与され、かつ、

h . 噴霧化気体流量対供給液体流量の重量比は 0 . 1 ~ 1 0 の範囲内である、

ことを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 11】

請求項 10 に記載のスプレー処理方法において、前記旋回運動が、前記第 2 気体導管および前記第 1 気体導管を結合する 1 つ以上のスロットによって生成され、前記第 2 導管は

、気体供給ラインに接続されると共に、第1気体管と、前記第1気体管(5)の半径方向の外側に延びる第2気体管(8)との間に形成され、前記第1気体導管は、内側の供給液体管と第1気体管との間に形成され、前記第2気体導管(9)は前記下流側端部において閉止され、前記第1気体導管(6)は、前記上流側端部において閉止されると共に、前記下流側端部において気体流出スリットに接続されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項12】

請求項10または11に記載のスプレー処理方法において、前記第1気体導管(6)および前記第2気体導管(9)を結合する前記1つ以上のスロット(10)が、前記内側の供給液体管(1)の外面に対して接線方向に延びていることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項13】

請求項10～12のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記液体噴霧用の気体の全量が、気体流れの旋回運動を生成するように調整される前記1つ以上のスロットを通過して流れることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項14】

請求項10～13のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記液体が、10～150bar(g)の圧力で前記ノズルに供給されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項15】

請求項10～14のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記気体が、0.5～5bar(g)の圧力で供給されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項16】

請求項10～15のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記噴霧化気体が、50～400m/sの回転速度で前記ノズルから噴射されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項17】

請求項10～16のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記噴霧化気体が、100～200m/sの回転速度で前記ノズルから噴射されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項18】

請求項10～17のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記噴霧化気体流量対供給液体流量の重量比が0.5～5であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項19】

請求項10～18のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記液滴の平均サイズが30μm未満であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項20】

請求項10～19のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記粉末粒子の平均サイズが25μm未満であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項21】

請求項10～20のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記粉末粒子の平均サイズが10μm未満であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項22】

請求項10～19のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記外部混合型2流体ノズルの液体流量容量が100kg/h以上であることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項23】

請求項10～20に記載のスプレー処理方法において、前記外部混合型2流体ノズルが、請求項1～9のいずれか一項に記載のノズルであることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項24】

請求項 10 ~ 21 に記載のスプレー処理方法において、スプレー乾燥装置の中に 2 つ以上の外部混合型 2 流体ノズルが設けられることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 25】

請求項 10 ~ 22 のいずれか一項に記載のスプレー処理方法において、前記スプレー乾燥される粉末が、リチウムイオン電池用粉末、電池用粉末、ポリマー粉末、デンプンまたはゼラチン粉末、コーヒー粉末、摩耗性供給物の粉末、無機材料粉末、硬質金属粉末、薬品粉末、および凝固粉末からなる群から選択されることを特徴とするスプレー処理方法。

【請求項 26】

リチウムイオン電池用粉末、電池用粉末、ポリマー粉末、デンプンまたはゼラチン粉末、コーヒー粉末、摩耗性供給物の粉末、無機材料粉末、硬質金属粉末、薬品粉末、および凝固粉末からなる群から選択されるスプレー乾燥粉末製造のための、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の外部混合型 2 流体ノズルを備えるスプレー乾燥装置の使用。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/DK2011/050060

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV. B05B7/06	B05B7/10 B01J2/04	
ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
B05B B01J		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2009/067488 A1 (SPRAYING SYSTEMS CO [US]; FILICICCHIA DANIEL J [US]; HUFFMAN DAVID C []) 28 May 2009 (2009-05-28) paragraphs [0019] - [0028]; figures 2-4 -----	1,2,4-9, 26
X	FR 1 510 504 A (SAMES MACH ELECTROSTAT) 19 January 1968 (1968-01-19) page 2, column 1, paragraph 2 - page 2, column 2, paragraph 3; figures 2-3 -----	1,3-9,26
X	US 2 592 297 A (ROBERT LAGUILHARRE PIERRE) 8 April 1952 (1952-04-08) column 4, line 18 - column 5, line 64; figures 1-3 ----- -/--	1,2,4-9, 26
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents :		
A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
E earlier application or patent but published on or after the international filing date		*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		*Z* document member of the same patent family
P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report	
25 May 2012	04/06/2012	
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 6818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040 Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Gilliquet, J	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/DK2011/050060

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 401 883 A (OTTO GEBHARDT ET AL) 17 September 1968 (1968-09-17) column 2, line 36 - column 3, line 34; figures 1,2,2a -----	1
X	EP 0 400 659 A1 (UNION CARBIDE IND GASES TECH [US]) 5 December 1990 (1990-12-05) page 4, line 34 - page 5, line 36; claim 1; figure 2; tables 1,2 -----	10-25
X	US 2005/051917 A1 (GROTHER WILLY [US] ET AL) 10 March 2005 (2005-03-10) paragraphs [0064], [0066]; claim 1; table 2 -----	10-25
A	EP 1 707 257 A2 (RICOH KK [JP]) 4 October 2006 (2006-10-04) claim 1; figure 1 -----	10-25

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/DK2011/050060**Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

see additional sheet

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.

2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of additional fees.

3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/ DK2011/ 050060

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. claims: 10-25

a spray processing method for producing a spray dried powder

2. claims: 1-9, 26

an external mixing pressurized two-fluid nozzle for atomising a liquid by means of a liquid pressure and a gas and its use for producing a spray dried powder

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/DK2011/050060

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
WO 2009067488	A1	28-05-2009	CA 2705751 A1	28-05-2009
			CN 101932877 A	29-12-2010
			EP 2232139 A1	29-09-2010
			JP 2011502784 A	27-01-2011
			US 2010258648 A1	14-10-2010
			WO 2009067488 A1	28-05-2009
			FR 1510504	A
US 2592297	A	08-04-1952	BE 488281 A	25-05-2012
			DE 867230 C	16-02-1953
			FR 57322 E	02-01-1953
			FR 926438 A	01-10-1947
			GB 657968 A	03-10-1951
			US 2592297 A	08-04-1952
US 3401883	A	17-09-1968	AT 271673 B	10-06-1969
			BE 685975 A	01-02-1967
			CH 448821 A	15-12-1967
			DE 1577859 A1	28-08-1969
			DK 124801 B	27-11-1972
			GB 1157823 A	09-07-1969
			NO 120827 B	07-12-1970
			SE 322452 B	06-04-1970
			US 3401883 A	17-09-1968
			EP 0400659	A1
CA 2018017 A1	01-12-1990			
DE 69002398 D1	02-09-1993			
DE 69002398 T2	11-11-1993			
EP 0400659 A1	05-12-1990			
ES 2043179 T3	16-12-1993			
JP 2030255 C	19-03-1996			
JP 3032735 A	13-02-1991			
JP 7051219 B	05-06-1995			
MX 174584 B	27-05-1994			
US 4988464 A	29-01-1991			
US 2005051917	A1	10-03-2005		
EP 1707257	A2	04-10-2006	EP 1707257 A2	04-10-2006
			US 2006222980 A1	05-10-2006

フロントページの続き

(51) Int. Cl. F I テーマコード (参考)
F 2 6 B 21/00 (2006.01) F 2 6 B 21/00 B

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, T M), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, R S, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, I D, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO , NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 イェーンセン, アンデシュ ポー
 デンマーク王国 デイコ - 2 9 9 0 ニヴォー, オートフテン 1 8 5

(72) 発明者 フレドステット, セーレン
 デンマーク王国 デイコ - 3 6 6 0 スティーンリュース, エンゲーイヴァイ 2 1

F ターム(参考) 3L113 AA07 AB04 AC48 AC54 AC58 AC59 BA36 DA02 DA24
 4D076 AA14 AA24 BA24
 4F033 QA08 QB02Y QB03X QB12Y QD02 QD08 QD10 QD21 QD25
 4G004 EA06