



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I503175 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 10 月 11 日

(21)申請案號：099132400

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 09 月 24 日

(51)Int. Cl. : **B02C19/06 (2006.01)**

(30)優先權：2009/09/29 德國 102009045116.1

(71)申請人：贏創德固賽有限責任公司 (德國) EVONIK DEGUSSA GMBH (DE)
德國(72)發明人：寶拉特 芙洛里恩 PAULAT, FLORIAN (DE)；林納 高利伯喬治 LINDNER,
GOTTLIEB-GEORG (DE)；梅爾 卡爾 MEIER, KARL (DE)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

CN 1706553A

JP 2633974B2

US 5669741A

US 2004/0118007A1

WO 2008/046404A1

審查人員：蔡豐欽

申請專利範圍項數：11 項 圖式數：3 共 38 頁

(54)名稱

低壓研磨製程

LOW-PRESSURE MILLING PROCESS

(57)摘要

本發明關於一種新穎的噴射研磨機、利用噴射研磨機產生細粒子之製程、該細粒子的同步表面改質之製程及亦關於由此製程所產製之產物。

The present invention relates to a novel jet mill, a process for generating fine particles by means of a jet mill, a process for simultaneous surface modifications of the fine particles and also the products produced by this process.

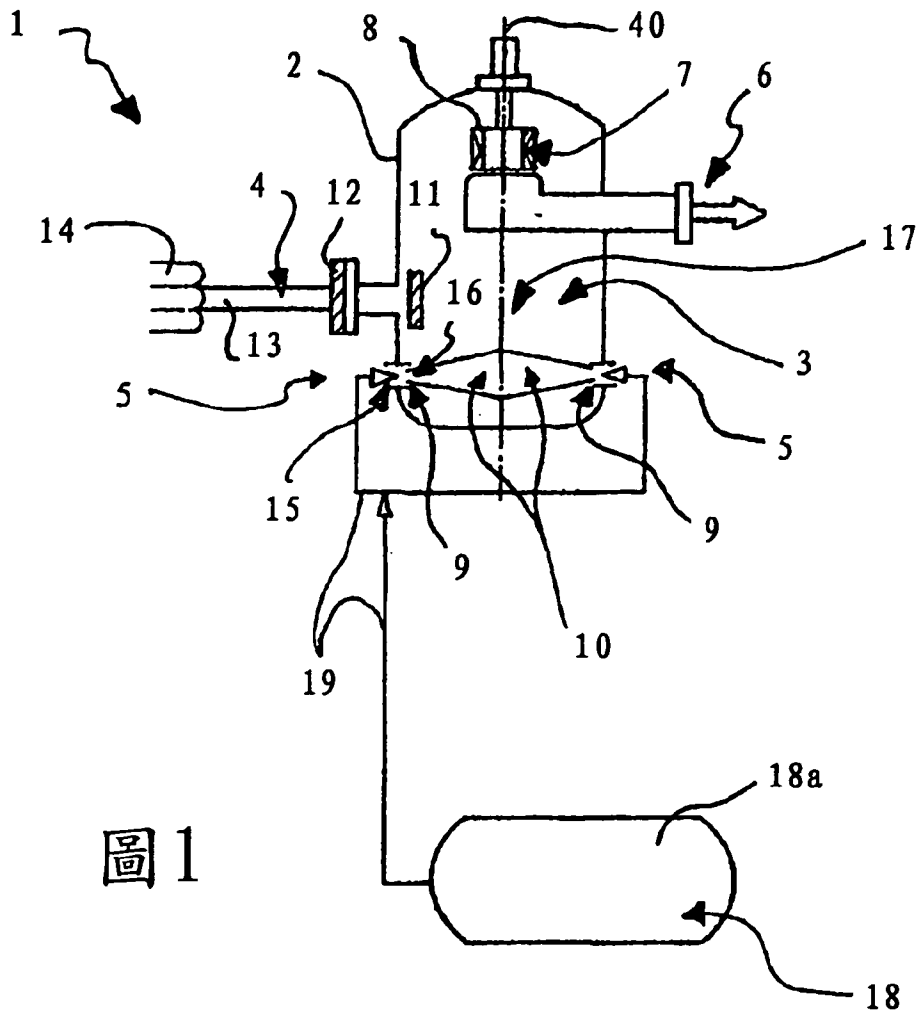


圖 1

- 1 . . . 噴射研磨機
- 2 . . . 圓筒狀容箱
- 3 . . . 研磨室
- 4 . . . 待研磨材料之進料
- 5 . . . 研磨噴射入口
- 6 . . . 產物出口
- 7 . . . 空氣分級器
- 8 . . . 分級輪
- 9 . . . 入口孔或入口噴嘴
- 10 . . . 研磨噴射流
- 11 . . . 加熱源
- 12 . . . 加熱器
- 13 . . . 饋入管
- 14 . . . 溫度隔絕套
- 15 . . . 入口
- 16 . . . 出口
- 17 . . . 研磨室中心
- 18 . . . 儲槽或產生裝置，優先選擇為鼓風機
- 18a . . . 槽
- 19 . . . 引導裝置
- 40 . . . 旋轉軸

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：099132400

※申請日：099 年 09 月 24 日

※IPC 分類：B02C 09/06 (2006.01)

一、發明名稱：(中文／英文)

低壓研磨製程

Low-pressure milling process

二、中文發明摘要：

本發明關於一種新穎的噴射研磨機、利用噴射研磨機產生細粒子之製程、該細粒子的同步表面改質之製程及亦關於由此製程所產製之產物。

三、英文發明摘要：

The present invention relates to a novel jet mill, a process for generating fine particles by means of a jet mill, a process for simultaneous surface modifications of the fine particles and also the products produced by this process.

四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二) 本代表圖之元件代表符號簡單說明：

- | | |
|---------------------|------------|
| 1：噴射研磨機 | 2：圓筒狀容箱 |
| 3：研磨室 | 4：待研磨材料之進料 |
| 5：研磨噴射入口 | 6：產物出口 |
| 7：空氣分級器 | 8：分級輪 |
| 9：入口孔或入口噴嘴 | 10：研磨噴射流 |
| 11：加熱源 | 12：加熱源 |
| 13：饋入管 | 14：溫度隔絕套 |
| 15：入口 | 16：出口 |
| 17：研磨室中心 | |
| 18：儲槽或產生裝置，優先選擇為鼓風機 | |
| 18a：槽 | 19：引導裝置 |
| 40：旋轉軸 | |

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明關於一種新穎的噴射研磨機、利用噴射研磨機產生細粒子之製程、該細粒子的同步表面改質之製程及亦關於由此製程所產製之產物。

【先前技術】

在利用噴射研磨機執行研磨操作時，欲研磨及/或欲分級之材料包含相對粗及相對細的粒子，該等粒子夾帶在空氣流中且形成產物流，可將該產物流引入噴射研磨機的空氣分級器之容箱中。產物流係以徑向方向前進至空氣分級器之分級輪中。在分級輪中，相對粗的粒子與空氣流分離且空氣流離開分級輪，細粒子以軸向通過外流管。接著將欲濾出或欲產製之具有細粒子的空氣流饋入過濾器中，使流體（諸如空氣）及細粒子於過濾器中彼此分離。

DE 198 24 062 A1揭示一噴射研磨機，其研磨室中額外有至少一種高能量熱蒸汽研磨噴射流以高流動能量引入，除了具有用於至少一種研磨噴射流的入口裝置以外尚具有用於待研磨材料的入口及用於產物的出口之研磨室，及在待研磨材料與至少一種熱蒸汽研磨噴射流一起來到的區域中待研磨材料具有至少大致相同的溫度。

此外，對應之空氣分級器（特別用於噴射研磨機）係由例如EP 0 452 930 B1所揭示。此空氣分級器及其操作方式原則上非常令人滿意。

前述製程具有彼等僅可以高經費裝置操作，而且非常耗費能量的缺點。爲了使此問題減至最低，DE 10 2006 023 193提出其中使研磨壓力下降至4.5巴以下之製程。此製程更具能量效率，但是具有如以前一樣的操作介質（研磨氣體）溫度高的缺點。用於產生操作介質的壓力及操作介質的溫度之DE 10 2006 023 193提及例如DE 198 24 062或提出使用壓縮機。

已知使用機械或分級機械研磨機作爲噴射研磨機的替代品。然而，由於與轉子/定子直接接觸而使該等研磨機具有待研磨材料在研磨機上造成重大磨耗的缺點。此進而導致研磨機的高保養成本，但同時亦從研磨導致不希望的材料污染。

【發明內容】

本發明之目的因此係提供儘可能具能量效率且從研磨導致與以機械或分級機械研磨機研磨相比而較低的材料污染之研磨製程。在特定的目的中，目標係從新式製程研磨之材料的粒度分布至少等於或比以機械或分級機械研磨機之研磨製程的例子中更好的粒度分布。

本發明之特定目的係提供儘可能具能量效率且從研磨導致與以機械或分級機械研磨機研磨相比而較低的材料污染之研磨製程，且使此製程有可能在研磨期間進行待研磨材料之表面改質（例如，塗佈、摻雜）。

進一步的目的係提供新穎的粉狀材料，其具有例如鐵

的低污染。

未明確述及之更多目的係從以下的說明、申請專利範圍、實例和圖式的整個上下文浮現。

先前述及之目的係由申請專利範圍、以下的說明、實例和圖式中更詳細定義之製程及由其中更詳細定義之產物達成。

本發明者驚訝地發現有可能在噴射研磨機中以低於4巴之壓力及低於100℃之溫度下研磨無機及有機材料，以此一方式使彼等隨後具有至少對應於若以相同材料在具有轉子/定子（分級及未分級）之研磨機中研磨時所獲得的粒子範圍。因此可產製具有相同的粒子範圍，但較低的雜質含量之產物。

然而，由於溫和的研磨條件，亦有可能以根據本發明之製程產製具有減少的細料含量及/或因此具有與機械研磨機相比而較窄的粒子大小分布之粒子。

此外，本發明者發現在此製程的例子中有可能在與研磨的同時間進行待研磨粒子的塗佈或摻雜。此特別值得述及，因為在機械或分級機械研磨機中不可能在與研磨的同時間進行塗佈或摻雜，因為結塊通常發生在研磨機的轉子/定子/壁上及因為在根據本發明之製程中的溫度和壓力非常低。

低壓和低溫亦使此製程有可能使用溫度敏感性表面改質劑且使此製程有可能研磨待研磨之溫度敏感性材料，諸如糖，其不可能用於先前技藝之噴射研磨製程的例子中。

此外，值得述及的是根據本發明之乾式研磨及塗佈製程在溫和條件下有可能產製不可能以已知的製程產製之產物。例如，矽石的研磨及以聚矽氧聚醚丙烯酸酯聚合物的同步塗佈是可能的，且不會損失聚醚含量。就產製的理由而言，該等聚合物有時具有10-20重量%過量之聚醚。頃發現此過量在傳統的濕式研磨的例子中被部分洗出。另一方面，在根據本發明之乾式研磨製程的例子中保留過量聚醚，使得可產製完全不同的矽石粒子塗佈。此導致改進的粒子應用性質。然而，另一方面，新式製程亦具有生態及經濟優勢，因為可顯著地減低或甚至避免流出物的聚醚污染。

特別在研磨高磨耗固體的例子中，例如牙齒護理，根據本發明之製程具有特別的優勢。該等物質造成在研磨機上特別大量的磨耗物質，且同時用於人類及動物美容治療之產品必須符合關於雜質含量的高需求。

本發明之主題因此為一種利用噴射研磨機產生細粒子之製程，其特徵在於研磨氣體具有 ≤ 4 巴之壓力（絕對）及低於 100°C 之溫度。

本發明之主題亦為一種利用使用壓縮氣體作為研磨氣體的噴射研磨機（1）產生細粒子之製程，其特徵在於研磨氣體具有 ≤ 4 巴之壓力（絕對）及低於 100°C 之溫度，且其特徵在於塗料或摻雜劑係在研磨期間以待研磨材料之粒子的至少部分表面以塗料或摻雜劑覆蓋的此一方式添加。

本發明之主題同樣為一種噴射研磨機，優先選擇為流

化床對向噴射研磨機或密相床噴射研磨機或橢圓管研磨機或螺旋管噴射研磨機，其特徵在於使用鼓風機產生操作介質之壓力，優先選擇為旋轉式鼓風機或徑向式鼓風機。

根據本發明之製程代表與先前技藝之製程相比為能量相當優化之製程（低壓力、低溫度、低研磨機磨損、減低的裝置經費）。

根據本發明且優先選擇用於根據本發明之製程中的噴射研磨機具有超越先前技藝之噴射研磨機的極大優勢，該優勢在於不需要壓縮機或壓力容器以產生操作介質之壓力和溫度，但卻可使用簡式鼓風機，較佳為旋轉式鼓風機或徑向式鼓風機。此相當地減低裝置經費、降低採購成本及減低保養成本。保養成本亦可藉由在根據本發明之製程中所使用之低溫及低壓而減低。

根據本發明之製程的進一步優勢在於此製程可以已存在的噴射研磨機進行。

以根據本發明之製程研磨之產物的粒度分布，特別為 d_{50} 值可以類似於利用機械或分級機械研磨機所獲得的粒度分布設定。然而，由於更有效的能量轉換，可使根據本發明研磨之材料中的細料含量與利用機械或分級機械研磨機研磨相比而顯著減少。結果，根據本發明之待研磨材料具有顯著改進之應用性質，例如減低之增稠效應。根據本發明之待研磨材料的進一步優勢為其受到研磨機之磨耗產物的污染與以機械或分級機械研磨機所產生之經研磨材料相比而顯著更少。此非常有利，特別在必須具有高純度之產

物的例子中。

如上所述，根據本發明之製程有可能使待研磨材料的塗佈或摻雜與研磨一起進行。此是有利，亦特別因為此塗佈或摻雜可在低於100℃之低溫下執行且因此可使用溫度敏感之塗料或摻雜劑或待研磨材料（例如，糖、三羥甲基丙烷、Tego®Rad 2300等）。

根據本發明之製程代表溫和的研磨製程，以其主要保留待研磨材料之物理化學性質，諸如DBP吸收。

最後，可述及為優勢的是可廣為使用根據本發明之製程，亦即用於有機物質及無機物質二者。在此方式中，此製程不同於例如以DE 10 2006 023 193所述之製程，其僅可用於特定的無機物質。

將申請案的目的詳細解釋於下。

本發明之較佳及/或有利的改善整體來看係從申請專利範圍及其組合以及從本申請案文件浮現。

本發明係以下述之示例性具體例及應用實例為基準更詳細解釋且僅以實例方式表現於圖式中，亦即本發明不受限於該等示例性具體例及應用實例或在個別的示例性具體例及應用實例內之特色的各自組合。製程及裝置特色亦分別以類似方式從裝置及製程的說明浮現。

與實際的示例性具體例有關的具體化及/或表現之個別特色不受限於該等示例性具體例或與該等示例性具體例的其他特色之組合，但是可與在技術可行性限制範圍內的任何其他變型組合，即使彼等未於本發明的文件中單獨討

論。

在個別的圖中及圖式的圖解中之相同編號表示相同或類似的組件或具有相同或類似效果的組件。未提供編號的特徵亦從圖式中之圖像明瞭，不論該等特徵是否說明於下。另一方面，內含於本發明的說明中，但是不可見於或表現於圖式中之特徵亦可由熟習本技藝者輕易理解。

在利用噴射研磨機產生細粒子之製程例子中，由本發明所提供之新式步驟如此明確且可理解，使得不需要以圖式表現個別步驟。

根據本發明之製程為一種利用使用壓縮氣體作為研磨氣體的噴射研磨機產生細粒子之製程，其特徵在於研磨氣體具有 ≤ 4 巴之壓力（絕對）及低於 100°C 之溫度。

該製程較佳地藉由低於或等於 95°C ，優先選擇低於或等於 90°C ，特別優先選擇低於或等於 80°C ，且最特別優先選擇從 15 至 80°C 之研磨氣體溫度來進一步發展。在第一個特定較佳的變型中，研磨氣體的溫度為 50 至 80°C ，而在第二個特定較佳的變型中，其為 15 至 50°C 。研磨氣體的溫度係在研磨氣體進入研磨機中的入口測量。

研磨氣體的壓力較佳地低於 3 巴，特別優先選擇低於 2 巴，最特別優先選擇低於 1 巴，特定優先選擇為 0.5 至 1 巴，且最特定優先選擇為 0.15 至 0.5 巴。

研磨氣體壓力與溫度的以下組合特別佳： 0.15 至 0.5 巴與 15 至 50°C 及 0.15 至 0.5 巴與 50 至 80°C 。此組合的實例為 0.3 巴與 20°C 及 0.4 巴與 75°C 之組合。

在根據本發明之製程中可研磨有機物質及無機物質二者。有機物質的實例為碳水化合物（例如，糖）及羧甲基纖維素。

較佳的無機物質為非晶形及結晶狀無機固體。結晶狀無機固體優先選擇為二氧化鈦、氧化鋁及碳酸鈣，而非晶形固體優先選擇為凝膠，但亦為其他類型的非晶形固體。亦較佳的是非晶形及結晶狀無機固體，諸如陶瓷（例如，經燒結之陶瓷）。特別優先選擇彼等為含有或包含至少一種金屬及/或金屬氧化物之固體，特別為元素週期表的第三及第四主族之金屬的非晶形氧化物。此適用於具有不同的結構種類之凝膠及非晶形固體。特別佳的是沉澱矽石、熱解矽石、矽酸鹽、鋁矽酸鹽、電弧矽石（例如，來自Quarzwerke GmbH之Amosil）、玻璃及矽膠，矽膠不僅包含水凝膠，亦包含氣凝膠及乾凝膠。

較佳地以流化床對向噴射研磨機或密相床噴射研磨機用於根據本發明之製程中。

原則上，可使用在操作條件下為氣體的任何物質或物質混合物作為形成欲引入之研磨噴射流的操作介質，術語操作介質與術語研磨氣體在本發明之範圍內係以同義使用。特別優先選擇使用空氣及/或氫氣及/或氬氣及/或惰性氣體，諸如氮氣及/或氦氣及/或所述操作介質之混合物。以空氣最特別佳。使用惰化氣體較佳，特別在研磨待研磨之氧化敏感性或有機材料時。

諸如存在於習知的噴射研磨裝置中之壓力槽（但亦為

壓縮器) 可用於例如形成研磨噴射流。然而，在本發明特定的具體例中，研磨噴射流的壓力係利用鼓風機產生，特別優先選擇利用旋轉式鼓風機或徑向式風扇。結果，可顯著降低研磨裝置的投資成本及操作和保養成本二者。以鼓風機產生研磨噴射流的此特定之新式噴射研磨機為本發明的主題。

亦優先選擇將噴射研磨機與分級器連接。該分級器可為內分級器或外分級器。特別優先選擇使用整合至噴射研磨機中的動態空氣分級器。關於此點，亦最優先選擇提供空氣分級器包括具有固定或隨半徑減少而增加之淨高的分級轉子或分級輪，使得操作期間流經的分級轉子或輪的表面積至少大致固定。另一選擇或另外，亦可提供使空氣分級器包括具有浸沒管的分級轉子或分級輪，該浸沒管係以分級轉子或分級輪旋轉時隨著其一起旋轉的方式設計。

製程進一步的較佳改善在於提供細料出口室，其具有在流動方向上變寬的橫截面。

在圖1中，以示意圖表現用於進行以上解釋之製程的噴射研磨機1之示例性具體例。如上所述，根據本發明之製程可以熟習本技藝者以其本身已知的設備及設施輕易地實現，雖然不意欲以其暗示熟習本技藝者亦可能知道由本發明新開創之製程的個別步驟。

根據圖1之噴射磨機1包括圍住研磨室3的圓筒狀容箱2、約為研磨室3一半高度的待研磨材料之進料4、至少一個在研磨室3下方區域中之研磨噴射入口5及在研磨室3上方

區域中之產物出口6。在此配置具有可旋轉之分級輪8的空氣分級器7，經研磨材料（未顯示）以此分級器分級，以便經由產物出口6自研磨室3只排放小於特定粒度之經研磨材料，且反饋具有大於選擇值之粒度的經研磨材料，供進一步研磨操作。

分級輪8可為慣常用於空氣分級器中之分級輪，其葉片（參考下文，例如與圖3有關）限定徑向延伸之葉片通道，分級空氣在通道外端進入，且相對小粒度或質量之粒子被夾帶至中心出口及產物出口6，而相對大的粒子或相對大質量之粒子在離心力的影響下偏離。空氣分級器7且/或至少其分級輪8特別具備有至少一種根據EP 0 472 930 B1之設計特色。

可能只提供一個待研磨材料入口5，例如包含單一徑向導入口孔或入口噴嘴9，以便使單一研磨噴射流10以高能量碰撞從待研磨材料之進料4到達研磨噴射流10區域的待研磨材料粒子，且使待研磨材料粒子破裂成更小的亞微粒子，將此亞微粒子以分級輪8吸入，且若其具有適當的小尺寸或質量時，則經由產物出口6運送出來。然而，以配對之相反對立的待研磨材料入口5達到更好的效果，其形成兩個彼此相撞的研磨噴射流10，其引起比只有可能以一個研磨噴射流10更強的粒子破裂，特別若產生許多個配對的研磨噴射流時。

此外，有可能例如使處理溫度受到以下的影響：在待研磨材料之進料4與研磨噴射流10區域之間使用內部加熱

源 11 或在待研磨材料之進料 4 外部區域內使用對應之加熱源 12，或處理待研磨材料粒子，該粒子在任何情況中皆已溫熱，其避免在進入待研磨材料之進料 4 時的熱損失，就此目的而將饋料管 13 以溫度隔絕套 14 環繞。加熱源 11 或 12（若使用時）原則上可為任何所欲種類，且因此適合特定用於意欲目的及根據市場上的可取得性來選擇，所以不需要關於此點的進一步解釋。

研磨噴射流或複數個研磨噴射流 10 之溫度就溫度而言特別有意義，且待研磨材料之溫度應至少大致對應於此研磨噴射流溫度。

在操作條件下為氣體的任何物質或物質混合物可用於形成研磨噴射流 10，其經由研磨噴射入口 5 引入研磨室 3 中。特別優先選擇使用空氣及/或氫氣及/或氬氣及/或惰性氣體，諸如氮氣及/或氦氣及/或所述操作介質之混合物。關於此點，應確保操作介質在各個研磨噴射入口 5 的入口噴嘴 9 之後的熱含量實質上不低於在此入口噴嘴 9 之前的熱含量。因為撞擊粉碎所必要之能量主要可利用流動能量，所以入口噴嘴 9 的入口 15 與其出口 16 之間的壓力降比較起來相當大（壓力能量以最大程度轉換成流動能量），且溫度降也不是不重要。當有至少兩個研磨噴射流 10 彼此會合時或倍數的兩個研磨噴射流 10 時，此溫度降應特別藉由待研磨材料加熱至待研磨材料及研磨噴射流 10 在研磨室 3 的中心 17 區域內具有相同溫度的此一程度來補償。

設計及實行研磨噴射流 10 之製備方法為熟習本技藝者

已知。

在噴射研磨機1的本發明示例性具體例之圖像中，儲槽或產生裝置18（諸如槽18a）代表操作介質B的任何供應器，來自該槽的操作介質B係以引導裝置19的方式引導至研磨噴射入口5或複數個研磨噴射入口5，以形成研磨噴射流10或複數個研磨噴射流10。亦有可能使用例如壓縮機代替槽18a取得適當的操作介質B。然而，特別佳的是簡式鼓風機，最優先選擇為旋轉式鼓風機或徑向式風扇。

特別以具備有此類型之空氣分級器7的噴射研磨機1為基準，在此有關的示例性具體例僅意欲示例，而非限制且應被如此了解，用於產生細粒子之製程係以具有整合之動態空氣分級器7的此噴射研磨機1進行。流體或氣體通常被用作為操作介質B，優先選擇為已述及之氫氣或氮氣或簡單的空氣。

此外，若分級轉子8具有固定或隨半徑減少（換言之，趨向其軸）而增加之淨高時，則有利且因此較佳的是流經的分級轉子8的表面積特別為固定的。另外或另一選擇地，可提供具有橫截面在流動方向上變寬的細料出口室。

在噴射研磨機1的例子中，特別佳的改善在於分級轉子8具有可交換的共旋轉浸沒管20。

噴射研磨機1及其組份的示例性改善的更多細節及變型以參考圖2和圖3解釋於下。

可從圖2中之示意圖像觀察，噴射研磨機1包括整合之空氣分級器7，在噴射研磨機1經設計為例如流化床對向噴

射研磨機或密相床噴射研磨機時，其為動態空氣分級器7，其有利地配置在噴射研磨機1的研磨室3中心。經研磨材料之標定細度可取決而研磨氣體的體積流量及分級器的旋轉速度而受到影響。

在根據圖2之噴射研磨機1的空氣分級器7之例子中，整個直立的空氣分級器7係以分級器容箱21圍住，該容箱實質上包含容箱上部件22及容箱下部件23。容箱上部件22及容箱下部件23的上緣及下緣分別各具備有向外引導之周圍凸緣24及25。兩個周圍凸緣24，25在空氣分級器8的安裝或功能狀態下相互平放且以適合的設施相互固定。適合於固定的設施為例如螺旋連接（未顯示）。鉗夾（未顯示）或類似物亦可充當為可鬆開之扣緊設施。

在凸緣周圍的實際上任何所欲位置上，兩個周圍凸緣24及25係以活節接頭26在鬆開凸緣連接設施之後使得容箱上部件22可以與容箱下部件23有關的箭號27方向向上轉動且容箱上部件22可自下方通達及容箱下部件23可從上方通達的此一方式彼此連接。容箱下部件23就其部件而言為兩個部件形式，且實質上包含在其上開口端具有周圍凸緣25之圓筒狀分級室容箱28及以圓錐形式向下漸縮之排放錐體29。排放錐體29及分級室容箱28互相平放在具有凸緣30，31的上端及下端，且排放錐體29及分級室容箱28的兩個凸緣30，31與周圍凸緣24，25相同的方式以可鬆開之扣緊設施（未顯示）彼此連接。依此方式組裝之分級器容箱21懸掛在支撐臂28a中或支撐臂28a上，許多支撐臂以儘可能均

勻的分開間隔分布在噴射研磨機1之空氣分級器7的分級器或壓縮器容箱21周圍，且在圓筒狀分級室容箱28上起作用。

空氣分級器7的內部容箱組件之另一重要部件為分級輪8，其具有上蓋板32、在遠離該上蓋板的軸之外流側上的下蓋板33及具有適宜輪廓之葉片34，該葉片係配置在兩個蓋板32與33的外緣之間，牢固地連接至該蓋板且均勻地分布於分級輪8周邊。在此空氣分級器7的例子中，分級輪8的驅動係以上蓋板32的方式提供，而下蓋板33為外流側上的蓋板。分級輪8的架設包含適宜地正向驅動之分級輪軸35，其上端係以分級器容箱21引出及下端支撐在分級器容箱21內以懸吊軸承不可旋轉之分級輪8。自分級器容箱21引出分級輪軸35係發生在一對機製板36，37中，該機製板在頂端呈截錐形式之容箱末端部位38的上端封閉分級器容箱21，導引分級輪軸35且密封此軸通道而不阻礙分級輪軸35的旋轉移動。可將上板36適宜地指配為對分級輪軸35不可旋轉的凸緣且以旋轉軸承35a的方式不可旋轉地支撐在下板37上，將下板就其部件而指配至容箱末端部位38。在外流側上的蓋板33底側平放在周圍凸緣24與25之間之共同平面上，使得分級輪8以其整體配置在絞接之容箱上部件22內。在圓錐形末端部位38區域中，容箱上部件22亦具有待研磨材料之進料4的管狀產物進料通孔39，該通孔的縱軸與分級輪8的旋轉軸40及其驅動或分級輪軸35平行延伸，且該通孔徑向配置在容箱上部件22的外側上，儘可能

遠離分級輪 8 的此旋轉軸 40 及其驅動或分級輪軸 35。

分級器容箱 21 接納管狀出口通孔 20，其與分級輪 8 共軸配置且以上末端正好平放在外流側上的蓋板 33 之下，但未與其連接。以共軸佈置在出口通孔 20 的下端而形成爲管的是出口室 41，其同樣爲管狀，但是其直徑遠比出口通孔 20 的直徑更大，且在本發明之示例性具體例的例子中爲至少兩倍的出口通孔 20 直徑。在出口通孔 20 與出口室 41 之間的過渡區因此有顯著的直徑改變。出口通孔 20 係插入出口室 41 的上蓋板 42 內。在出口室 41 的底部以可拆卸蓋 43 封閉。包含出口通孔 20 及出口室 41 之組合作以許多支撐臂 44 頂住，該等支撐臂係以似星狀方式均勻地分布在組合作周圍，以其內端牢固地連接至出口通孔 20 區域內的組合作，且其外端牢固至分級器容箱 21。

出口通孔 20 以圓錐形環狀容箱 45 包圍，其下方較大的外徑至少大致對應於出口室 41 的直徑，且其上方較小的外徑至少大致對應於分級輪 8 的直徑。支撐臂 44 終止在環狀容箱 45 的圓錐形壁且牢固地連接至此壁，此壁就其部件而言亦爲包含出口通孔 20 及出口室 41 之組合作的一部分。

支撐臂 44 及環狀容箱 45 爲沖洗空氣裝置（未顯示）之部件，沖洗空氣防止材料自分級器容箱 21 內部穿透至介於分級輪 8 或更精確爲其下蓋板 3 與出口通孔 20 之間的間隙內。爲了容許此沖洗空氣進入環狀容箱 45 中且從此前進至保持暢通的間隙，故使支撐臂 44 形成爲管形，以其外端部位引導通過分級器容箱 21 壁且以進氣過濾器 46 的方式連接至

沖洗空氣源（未顯示）。將環狀容箱 45 在頂端以多孔板 47 封閉，且間隙本身可以多孔板 47 與分級輪 8 的下蓋板 33 之間的區域內以軸調整之環狀盤調整。

出口室 41 的出口係由細料排放管 48 所形成，其係自外部引導至分級器容箱 21 中且以切線方式連接至出口室 41。細料排放管 48 為產物出口 6 的組件。偏向錐體 49 用以包覆細料排放管 48 至出口室 41 的入口。

在圓錐形容箱末端部位 38 的下端，分級空氣入口螺旋 50 及粗粒材料排放 51 經指配與容箱末端部位 38 呈水平配置。分級空氣入口螺旋 50 的旋轉方向與分級輪 8 的旋轉方向相反。當空氣分級器 7 準備操作時，粗粒材料排放 51 可拆卸地指配至容箱末端部位 38，容箱末端部位 38 的下端指配凸緣 52 且粗粒材料排放 51 的上端指配凸緣 53，且兩個凸緣 52 及 53 以已知的設施彼此以可鬆開方式連接。

經設計之分散區以 54 表示。在內緣上經機械加工（成斜面）以產生平滑流動及單純內襯的凸緣以 55 表示。

最後，可交換之保護管 56 亦佈置在出口通孔 20 的內壁上作為閉合部件，且對應之保護管 57 可佈置在出口室 41 的內壁上。

在分級器 7 在所示之操作狀態下開始操作時，將分級空氣在壓力梯度下及以根據目的所選擇之進入速度以分級空氣入口螺旋 50 的方式引入空氣分級器 7 內。由於分級空氣係利用特別與容箱末端部位 38 的圓錐度組合的螺旋引入，使得分級空氣以螺旋向上升高至分級輪 8 區域內。同時

，包含不同質量之固體粒子的“產物”係以產物進料通孔39的方式引入分級器容箱21內。將此產物中的粗粒材料（亦即較大質量的粒子部分）與分級空氣相反前進至粗粒材料排放51區域中且可用於進一步處理。將細料（亦即較小質量的粒子部分）與分級空氣混合，從外部向內徑向經過分級輪8前進至出口通孔20中，前進至出口室41中且最後以細料出口管48的方式前進至細料出口58中，且從此處前進至其中操作介質呈流體形式（諸如空氣）的過濾器中及將細料彼此分離。細料的粗粒成分係以離心力從分級輪8徑向移出且與粗粒材料混合，以分級器容箱21留下粗粒材料或持續在分級器容箱21中循環，直到變成具有使其以分級空氣排放的此一粒子大小的細料為止。

由於從出口通孔20至出口室41的橫截面突然變寬，使得於此發生顯著減低的細料-空氣混物流速。此混合物因此以極低的流速以細料出口管48的方式經過出口室41進入細料出口58中，且在出口室41壁上只產生少量磨耗物質。就此理由而言，保護管57亦僅為高預先警戒措施。然而，就獲得好的分離技術的理由而言，在分級輪8中的高流速仍普遍於排放或出口通孔20中，就此理由而言，保護管56比保護管57更重要。特別重要的是直徑隨著從出口通孔20進入出口室41的過渡區之直徑變寬而改變。

而且，由於以所述方式細分分級器容箱21及指配分級器組件至個別部件容箱，使得空氣分級器7可依次完整保養且有受損組件可在相當少的工作量下及短的保養時間內

更換。

在圖2的示意圖像中，雖然具有兩個蓋板32和33及配置在其間且具有葉片34的葉片環59之分級輪8仍以已知具有為平行且有平行表面的蓋板32和33之慣常形式表現，但是在圖3中表現有利發展的空氣分級器7之進一步示例性具體例的分級輪8。

根據圖3的此分級輪8除了具有葉片34的葉片環59以外尚包括上蓋板32和在遠離該上蓋板的軸之外流側上的下蓋板33，且可在旋轉軸40周圍旋轉，因而在空氣分級器7的縱軸周圍旋轉。分級輪8的直徑維度垂直於旋轉軸40，亦即垂直於空氣分級器7的縱軸，與旋轉軸40及因而該縱軸是否為垂直或水平無關。在外流側上的下蓋板33同心地圍住出口通孔20。葉片34連接至該兩個蓋板33和32。於是不同於先前技藝的兩個蓋板32和33經形成為圓錐形，較佳地係以上蓋板32與外流側上的蓋板33之距離變得大於與葉片34之環59向內（亦即趨向旋轉軸40）的距離之方式精確形成，且優先選擇以連續形成，諸如以線性或非線性，且更優先選擇使得流經的圓筒套表面積就葉片出口邊緣與出口通孔20之間的每個半徑而言保持不變。在已知解法的例子中，外流速度係由於半徑變得較小而變得較慢，在此解法的例子中保持不變。

除了上述及圖3中所解釋之上蓋板32和下蓋板33的設計變型以外，亦有可能僅以該兩個蓋板32或33中之一以所解釋之方式形成為圓錐形，而另一個蓋板33或32為平面形

，如與根據圖2之示例性具體例有關的兩個蓋板32及33之例子。具有非平行表面的蓋板形狀特別在此例子中至少可大致使得流經的圓筒套表面積就葉片出口邊緣與出口通孔20之間的每個半徑而言保持不變。

在根據本發明之製程的特定具體例中，在研磨期間添加表面改質劑。在根據本發明之製程中的表面改質特別有效，因為當粒子在研磨機內部相撞時，從經研磨之細粒子形成混濁材料且可將表面改質劑引入此混濁材料中，可特別優先選擇噴霧至該材料中。結果，表面改質劑在結合反應期間不與研磨機壁接觸，所以防止結塊。此結塊象徵機械或分級機械研磨機有大的缺點及大的問題。表面改質劑優先選擇利用噴嘴引入，優先選擇為雙流體噴嘴，有可能使介質霧化成與研磨氣體相同的介質。較佳的是該改質劑係經由噴嘴注入研磨區內，特別優先選擇在與研磨噴嘴相同的高度下。

此類型之表面改質的一項特別優勢在於事實是由於研磨而使活性/新鮮表面實際上得以當場塗佈/摻雜。此增加待研磨材料的表面與塗料/摻雜劑的交互作用且尤其導致更強的結合。進一步的優勢可為經研磨材料的穩定（例如，關於再黏聚）可由於研磨期間的同步塗佈/摻雜而達成。

原則上，在研磨條件下可以液體、溶液或熔融流噴霧至研磨室中的所有表面改質劑皆可用於根據本發明之製程中。在本發明的範圍內較佳的表面改質劑為矽酸鈉、鹼（

例如，NaOH及KOH）、酸（例如，硫酸、氫氯酸、硝酸）、有機矽化合物（例如，改質或未改質之矽烷、聚矽氧烷、有機改質之聚矽氧烷、矽油、聚矽氧聚醚丙酸酯）、有機聚合物、丙烯酸酯、聚乙烯醇（PVA）、蠟（例如，聚乙烯蠟）及金屬鹽（摻雜）。雖然不是全部，但是此等表面改質劑的一些實例在WO 2004/055120、WO 2004/055105、WO 2004/054927或EP 1477457中提出。將該等文件的內容藉此明確地包括於本發明的主題中。

表面覆蓋特別有利地以聚矽氧聚醚丙酸酯聚合物執行，其係以例如TegoRad[®]為名稱銷售。特別優先選擇該等為聚矽氧聚醚丙酸酯聚合物或聚矽氧聚醚甲基丙酸酯聚合物，諸如那些在EP 0999230 A1中所述者，而最特別優先選擇為對應於EP 099230 A1之具有從1至50重量%之聚醚過量的聚合物，優先選擇為5至30重量%，特別優先選擇為10至20重量%。將此特許公開之專利申請案的主題藉此明確地包括於本發明的主題中。

在本發明的範圍內，最特別優先選擇非晶形SiO₂（特別為沉澱矽石）、矽酸鹽（例如，鋁矽酸鹽）、電弧矽石、熱解矽石、半凝膠或矽膠之固體在根據本發明之製程的此變型中研磨且以聚矽氧聚醚丙酸酯、聚乙烯醇（PVA）、丙酸酯、蠟及金屬鹽塗佈或摻雜。塗料或摻雜劑與待研磨材料的此組合特別佳，因為在習知的製程中迄今仍有必要先執行塗佈或摻雜及接著在機械或分級機械研磨機中研磨。此新式製程第一次將塗佈或摻雜及研磨成功組合在一

個步驟中且還是達成經研磨材料至少等於及甚至常比以機械或分級機械研磨機更卓越的粒度分布。與習知的製程比較，此材料組合一方面消除在製程中的步驟，但另一方面亦達成卓越的產品，因為根據本發明之製程導致在粒度分布中較低比例之細料含量且有可能完全塗佈/摻雜待研磨材料的表面。

原則上，雖然所有的有機及無機固體皆可根據本發明之製程研磨，但是此製程就元素週期表的第三及第四主族之金屬的非晶形氧化物提供特別的優勢。此適用於凝膠及具有不同的結構種類之非晶形固體。以沉澱矽石、熱解矽石、電弧矽石、矽酸鹽、半凝膠及矽膠特別佳，矽膠不僅包含水凝膠，亦包含氣凝膠及乾凝膠。該等材料常被用於例如作為漆料中的消光劑之應用中，在此精確限定之粒度分布具重要性，而且例如太高的細料含量是有害的，因為增稠性質由此受到損害。除了特定的粒度分布以外，以雜質（諸如鐵）的低污染在許多應用中非常有利。根據本發明之製程第一次以特定的粒度分布與非常低的外來元素污染之組合成功產製元素週期表的第三及第四主族之金屬的非晶形氧化物，特別為二氧化矽。

【實施方式】

測量方法

利用雷射繞射測定粒子大小

用於測定粉狀固體之粒子大小分布的雷射繞射係以粒

子取決於其大小而散射或繞射在所有方向上具有不同強度型式的單色雷射束之光的現象為基準。以雷射束照射之粒子直徑越小，則單色雷射束之散射或繞射角度越大。

進行測量的以下方式係以沉澱矽石樣品為基準說明。在親水性沉澱矽石的例子中，樣品製備及測量係以完全去離子水作為分散流體來執行，而在以水不可適當地弄濕沉澱矽石的例子中使用純乙醇。在開始測量之前，先允許 LS 230雷射繞射粒子大小分析儀（來自 Beckman Coulter；測量範圍：0.04-2000微米）及流體模組（Small Volume Module Plus，120毫升，來自 Beckman Coulter）溫熱2小時，且將模組以完全去離子水沖洗三次。用於測量疏水性沉澱矽石的沖洗操作係以純乙醇進行。

在 LS 230雷射繞射粒子大小分析儀的分析儀軟體中，與以 Mie原理為基準評估有關的以下光學參數（儲存於.rfd檔中）：

分散流體的折射率 $D. I.$ 實數 $n = 1.332$ （乙醇為 1.359）
；固體（樣品材料）的折射率實數 $n_{\text{矽石}} = 1.46$

虛數 $k = 0.1$

形狀因子 $f = 1$

此外，應該設定與粒子測量有關的以下參數：

測量時間 = 60秒

測量次數 = 1

泵送速度 = 75%

取決於樣品本性而定，可利用刮勺以粉狀固體直接引

入，或利用2毫升可棄式吸管以懸浮形式引入分析儀的流模組（Small Volume Module Plus）中。當達到測量所需之樣品濃度時（最優光學遮蔽），則LS 230雷射繞射粒子大小分析儀的軟體顯示“OK”。經研磨之沉澱矽石係藉由暴露於超聲波60秒而分散於流體模組中，該分散係利用來自Sonics之Vibra Cell VCX 130，具有CV 181超聲波轉化器及6毫米超聲波尖端，以70%振幅且同時泵送循環。在未經研磨之沉澱矽石的例子中，分散係藉由在流體模組中泵送循環60秒來執行，而不暴露於超聲波。測量係在室溫下執行。分析儀軟體係以Mie原理為基準且輔以先前建立之光學參數（.rfd檔）從原始數據計算粒子大小的體積分佈及d50值（中間值）。

ISO 13320“粒子大小分析-雷射繞射方法指南”詳細說明用於測定粒子大小分佈的雷射繞射方法。熟習本技藝者找得到與以Mie原理為基準之評估有關的常使用之固體及分散流體的光學參數之名冊。

僅以實例方式使本發明以示例性具體例為基準呈現於說明中及表現於圖式中，且不受限於該等說明及圖式，但反而包含由熟習本技藝者可從本發明文件，特別在申請專利範圍及在此說明的介紹部分中的概括圖像範圍內，以及示例性具體例的說明及其在圖式中的圖像可取得且組合其專業知識及先前技藝的所有變化、修改、取代及組合。可特別將所有的個別特色及提昇本發明的可能性與實施本發明的各種方式組合。

實例 1：

將來自 Evonik Degussa GmbH 之 ACEMAT[®] HK 400 在來自 Hosokawa Alpine AG 之 AFG 200 Aeroplex 流化床對向噴射研磨機中在 76°C 之研磨空氣入口溫度（研磨室內部溫度 = 60°C）及 0.4 巴之壓力（絕對）下研磨且以 Tego[®]Rad 2300 聚矽氧聚醚丙烯酸酯覆蓋。此包含將塗料以位於與研磨噴嘴相同平面上的雙流體噴嘴（未描述於圖 1 至 3 中）（三個研磨噴嘴以 120° 間隔分開，而雙流體噴嘴係在該等之間的 60° 處）的方式注入至研磨機中。饋入 7.4 質量 % 之 Tego[®]Rad 2300（Tego[®]Rad 2300 具有約 43.9 重量 % 之碳含量）。在最終產物中測得 3.2 重量 % 之碳含量，亦即考慮到 Tego[®]Rad 2300 的碳含量，多少有些定量覆蓋達成而沒有聚醚損失。以濕式塗佈及添加相同百分比的 Tego[®]Rad 2300 僅在最終產物中測得介於 2.5 與 2.8 重量 % 之間的碳。

因此，在濕式塗佈的例子中，大量的表面改質劑不在矽石上，而是以水洗出。此顯示根據本發明之製程在以具有水溶性部分的表面改質劑覆蓋載體材料。產物具有 4.7 微米之 d_{50} 值。

實例 2：

將來自 Evonik Degussa GmbH 之 Sipernat[®] 50 在來自 Netzsch-Condux 之 CGS 50 型流化床對向噴射研磨機在 80°C 之研磨空氣溫度及 0.36 巴之壓力（絕對）下以來自 Deurex

之PE蠟（熔點範圍：98-103℃）覆蓋。塗佈係以類似於實例1的方式執行。產物具有5.8微米之 d_{50} 值。

實例3：

將來自Evonik Degussa GmbH之磨料牙膏矽石Sident[®] 9如實例2中以根據本發明之製程在來自Netzsch-Condux之CGS 50型流化床對向噴研磨機中研磨一次。另一選擇地，將Sident[®] 9在來自Alpine之UPZ 160機械打擊式研磨機中研磨。具有約600公斤平均產出量，機械打擊式研磨機產製約6.5公克磨料，對應於增加11 ppm之鐵雜質。在根據本發明研磨之例子中，鐵雜質的增加少於1 ppm。

【圖式簡單說明】

本發明僅以參考圖式之示例性具體例為基準的實例方式更詳細解釋於下，其中

圖1係以圖式顯示呈部分截面示意圖的噴射研磨機之示例性具體例。

圖2顯示呈垂直配置且呈示意之中心縱截面的噴射研磨機之空氣分級器的示例性具體例，分級輪指配用於分級空氣與固體粒子之混合物的出口管，及

圖3顯示以示意圖像且呈垂直截面的空氣分級器之分級輪。

【主要元件符號說明】

- 1：噴射研磨機
- 2：圓筒狀容箱
- 3：研磨室
- 4：待研磨材料之進料
- 5：研磨噴射入口
- 6：產物出口
- 7：空氣分級器
- 8：分級輪
- 9：入口孔或入口噴嘴
- 10：研磨噴射流
- 11：加熱源
- 12：加熱源
- 13：饋入管
- 14：溫度隔絕套
- 15：入口
- 16：出口
- 17：研磨室中心
- 18：儲槽或產生裝置，優先選擇為鼓風機
- 19：引導裝置
- 20：出口通孔
- 21：分級器容箱
- 22：容箱上部件
- 23：容箱下部件
- 24：周圍凸緣

- 25：周圍凸緣
- 26：活節接頭
- 27：箭號
- 28：分級室容箱
- 28a：支撐臂
- 29：排放錐體
- 30：凸緣
- 31：凸緣
- 32：蓋板
- 33：蓋板
- 34：葉片
- 35：分級輪軸
- 35a：旋轉軸承
- 36：上機製板
- 37：下機製板
- 38：容箱末端部位
- 39：產物進料通孔
- 40：旋轉軸
- 41：出口室
- 42：上蓋板
- 43：可拆卸蓋
- 44：支撐臂
- 45：圓錐形環狀容箱
- 46：進氣過濾器

- 47：穿孔板
- 48：細料排放管
- 49：偏向錐體
- 50：分級空氣入口螺旋
- 51：粗粒材料排放
- 52：凸緣
- 53：凸緣
- 54：分散區
- 55：在內緣及內襯上經機械加工（成斜面）之凸緣
- 56：可交換之保護管
- 57：可交換之保護管
- 58：細料出口
- 59：葉片環

七、申請專利範圍：

1.一種產生材料細粒子之製程，其包括：

將該材料饋至噴射研磨機之研磨室；

使用旋轉式鼓風機或徑向式鼓風機產生研磨氣體介質，並將所產生的研磨氣體介質經由至少一個流體噴嘴導入該研磨室中；

於該研磨室中使該材料與該研磨氣體介質碰撞，以得到含粗粒與細粒之研磨產物；

將該研磨產物送至動態空氣分級器；

於該動態空氣分級器中分離該粗粒與該細粒；

自該動態空氣分級器中移出該細粒，並收集該細粒；
以及

將該粗粒送回該研磨室；

其中，該研磨氣體介質具有 ≤ 4 巴之壓力（絕對）及該研磨氣體介質具有低於 100°C 之溫度。

2.根據申請專利範圍第 1 項之製程，其中該噴射研磨機為橢圓管研磨機或螺旋管噴射研磨機。

3.根據申請專利範圍第 1 項之製程，其中該噴射研磨機為整合有動態空氣分級器之流化床對向噴射研磨機或密相床噴射研磨機。

4.根據申請專利範圍第 3 項之製程，其中該動態空氣分級器包括具有固定或隨半徑減少而增加之淨高的分級轉子或分級輪（8），使得操作期間流經的分級轉子或分級輪（8）的表面積至少大致固定。

5.根據申請專利範圍第 3 或 4 項之製程，其中該動態空氣分級器包括具有浸沒管（20）的分級轉子或分級輪（8），該浸沒管係以分級轉子或分級輪（8）旋轉時隨著其一起旋轉的方式設計。

6.根據申請專利範圍第 3 或 4 項之製程，其中該細料通過動態空氣分級器的一細料出口室（41），及該細料出口室具有在流動方向上變寬的橫截面。

7.根據申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之製程，其中研磨氣體介質包括至少一種選自空氣、氬氣、氮氣、氦氣及其他惰性氣體之氣體。

8.根據申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之製程，另包括：

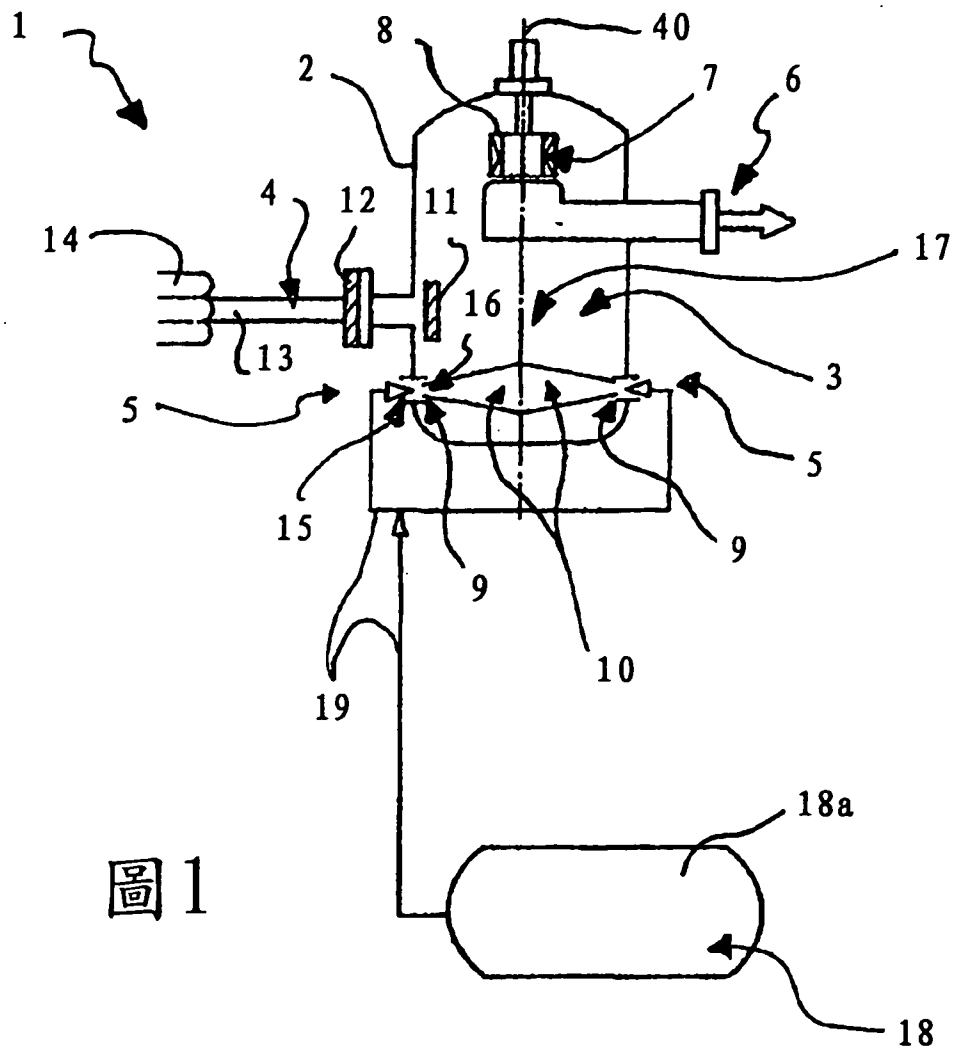
在研磨期間加入塗料或摻雜劑；

其中待研磨材料之粒子的至少部分表面被塗料或摻雜劑覆蓋。

9.根據申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之製程，其中該研磨氣體介質的溫度低於或等於 95℃。

10.根據申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之製程，其中該研磨氣體介質的壓力低於 3 巴。

11.根據申請專利範圍第 9 項之製程，其係以研磨氣體介質壓力與溫度的以下組合操作：0.15 至 0.5 巴及 50 至 80℃。



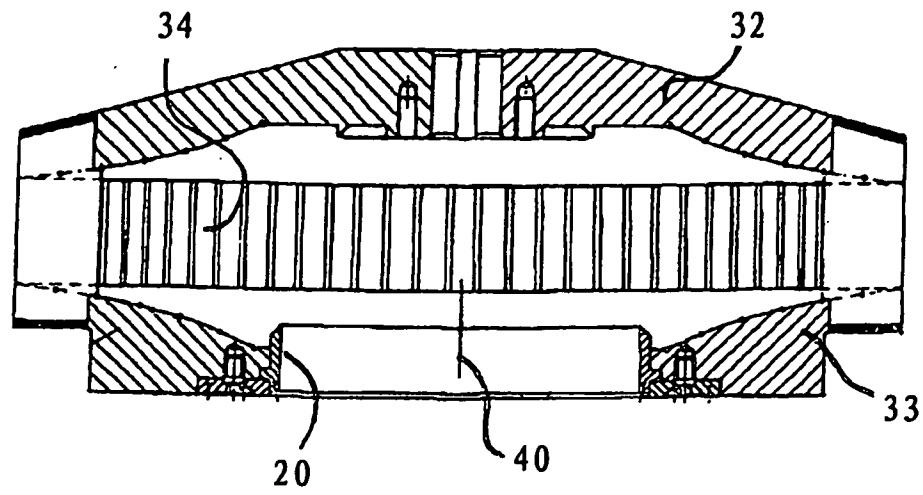


圖 3