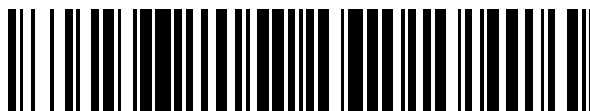


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 848 429**

51 Int. Cl.:

B02C 19/06 (2006.01)
C09C 3/10 (2006.01)
C08K 9/06 (2006.01)
C09D 7/42 (2008.01)
C09D 7/65 (2008.01)
C09C 1/30 (2006.01)
C09C 3/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.08.2010 E 10174068 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.12.2020 EP 2301667**

54 Título: **Procedimiento de molturación a baja presión**

30 Prioridad:

29.09.2009 DE 102009045116

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.08.2021

73 Titular/es:

**EVONIK OPERATIONS GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**PAULAT, FLORIAN;
LINDNER, GOTTLIEB y
MEIER, KARL**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 848 429 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de molturación a baja presión

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la generación de partículas finas por medio de un molino de chorro y para la modificación de superficie de partículas finas simultánea, así como a los productos producidos con este procedimiento.

10 En molturaciones por medio de molinos de chorro, el material a molturar y/o a clasificar está constituido por partículas más gruesas y más finas, que se arrastran en una corriente de aire y forman la corriente de producto que se puede introducir en una carcasa de un aventador del molino de chorro. La corriente de producto llega en sentido radial a una rueda de clasificación del aventador. En la rueda de clasificación se separan las partículas más corrientes de la corriente de aire y la corriente de aire abandona axialmente el rotor de clasificación a través del tubo de descarga con las partículas finas. La corriente de aire con las partículas finas a filtrar o a producir se puede alimentar entonces a un filtro, en el que se separan entre sí un fluido, como por ejemplo aire, y partículas finas.

15 Por el documento DE 198 24 062 A1 es conocido tal molino de chorro, en cuya cámara de molturación se introduce además al menos un chorro de molturación de alto contenido energético con energía de flujo elevada, presentando la cámara de molturación, aparte de la instalación de entrada para al menos un chorro de molturación, una entrada para el material de molturación y una salida para el producto, y teniendo la misma temperatura al menos aproximadamente en la zona de reunión de material de molturación y al menos un chorro de molturación de vapor caliente y material de molturación.

20 Además, por ejemplo por el documento EP 0 472 930 B1 es conocido un aventador correspondiente, en especial para un molino de chorro. Este aventador y su procedimiento de funcionamiento son extremadamente satisfactorios en principio.

25 Los procedimientos citados anteriormente tienen el inconveniente de que se pueden realizar solo con un gasto técnico elevado y además requieren mucha energía. Para minimizar este problema, en el documento DE 10 2006 023 193 se propone un procedimiento en el que la presión de molturación se reduce por debajo de 4,5 bar. Este procedimiento es más eficiente energéticamente, pero presenta el inconveniente de que se siguen dando temperaturas elevadas del recurso de producción (gas de molturación). Para la generación de la presión del recurso de producción y de la temperatura del recurso de producción, el documento DE 10 2006 023 193 remite, por ejemplo, al documento DE 198 24 062, o bien propone el empleo de un compresor.

30 Alternativamente a molinos de chorro, es conocido el empleo de molinos mecánicos, o bien clasificadores mecánicos. No obstante, estos molinos presentan el inconveniente de que el material de molturación, debido al contacto directo con el rotor/estator, provoca una abrasión elevada en el molino. Esto conduce a su vez a costes de mantenimiento elevados para el molino, pero simultáneamente también a contaminaciones del material de molturación no deseadas.

35 Por lo tanto, era tarea de la presente invención poner a disposición un procedimiento de molturación lo más eficiente posible desde el punto de vista energético, que condujera a menores contaminaciones del material de molturación en comparación con una molturación con un molino mecánico, o bien clasificador mecánico. En una tarea especial, el objetivo era que la distribución de grano del material de molturación según el nuevo procedimiento fuera al menos equivalente o mejor que en procedimientos de molturación con molinos mecánicos, o bien clasificadores mecánicos.

40 Una tarea especial de la presente invención consistía en poner a disposición un procedimiento de molturación lo más eficiente posible desde el punto de vista energético, que condujera a menores contaminaciones del material de molturación en comparación con una molturación con un molino mecánico, o bien clasificador mecánico, y que posibilitara realizar una modificación de superficie del material de molturación (por ejemplo revestimiento, dopaje) durante la molturación.

Otra tarea consistía en poner a disposición nuevos materiales pulverulentos que presentaran una baja contaminación, por ejemplo con hierro.

Otras tareas no citadas explícitamente resultan del contexto total de la descripción, reivindicaciones, ejemplos y dibujos siguientes.

50 Las tareas citadas anteriormente se solucionan mediante el procedimiento definido más detalladamente en las reivindicaciones, la siguiente descripción, los ejemplos y los dibujos, y los productos definidos más detalladamente en estos.

- 5 Sorprendentemente, los inventores han descubierto que es posible molturar materiales inorgánicos y orgánicos en un molino de chorro a presiones menores que 4 bar y a temperaturas de menos de 100°C, de modo que estos presenten a continuación un espectro de partículas que corresponde al menos al que se obtendría si se hubiera molturado el material idéntico en un molino con rotor/estator (clasificador o no clasificador). Por consiguiente, se pueden elaborar productos con el mismo espectro de partículas, pero menor contenido en impurezas.
- No obstante, debido a las condiciones de molturación cuidadosas también es posible producir partículas con proporción fina reducida y/o por consiguiente distribución de tamaños de partícula más limitada en comparación con molinos mecánicos.
- 10 Los inventores han descubierto además que con este procedimiento es posible realizar un revestimiento, o bien dopaje del material de molturación, simultáneamente a la molturación. Por lo tanto, esto es especialmente digno de mención, ya que en molinos mecánicos, o bien clasificadores mecánicos, no es posible realizar un revestimiento, o bien dopaje del material de molturación, simultáneamente a la molturación, ya que en estos se producen generalmente aglomeraciones en rotor/estator/paredes del molino, y puesto que presión y temperatura son bastante bajas en el procedimiento según la invención.
- 15 La baja presión y la baja temperatura posibilitan además el empleo de agentes de modificación de superficie sensibles a la temperatura, o bien la molturación de materiales de molturación sensibles a la temperatura, como por ejemplo azúcar, que no se pueden emplear en los procedimientos de molturación por chorro del estado de la técnica.
- 20 Además es digno de mención que el procedimiento de molturación en seco y revestimiento según la invención bajo condiciones suaves posibilita la elaboración de productos que no eran elaborables según procedimientos conocidos. A modo de ejemplo es posible la molturación y el revestimiento simultáneo de ácidos silícicos con polímeros de polieteracrilato de silicona sin que se pierda la proporción de poliéter. Debido a la producción, estos polímeros presentan en parte un exceso del 10 – 20 % en peso de poliéter. Se ha demostrado que este exceso se elimina por lavado en parte en una molturación en húmedo clásica. Por el contrario, en el procedimiento de
- 25 molturación en seco según la invención se conserva el exceso de poliéter, de modo que se puede producir un revestimiento completamente diferente de partículas de ácido silícico. Esto conduce a propiedades técnicas de aplicación de las partículas mejoradas. No obstante, por otro lado, el nuevo procedimiento tiene también ventajas ecológicas y económicas, ya que se puede reducir claramente, o bien incluso evitar la contaminación de aguas residuales con poliéteres.
- 30 En especial en la molturación de sustancias sólidas altamente abrasivas, por ejemplo para el cuidado dental, el procedimiento según la invención presenta ventajas especiales. Estas sustancias ocasionan una abrasión especialmente elevada en el molino, pero simultáneamente se plantean requisitos elevados respecto al contenido en impurezas en productos para tratamientos cosméticos de personas y animales.
- 35 Por lo tanto, es objeto de la presente invención un procedimiento para la generación de partículas finas por medio de un molino de chorro, caracterizado por que el gas de molturación presenta una presión de ≤ 4 bar (abs) y una temperatura menor que 100°C.
- 40 Además es objeto de la presente invención un procedimiento para la generación de partículas finas por medio de un molino de chorro (1) bajo empleo de gases comprimidos como gas de molturación, caracterizado por que el gas de molturación presenta una presión de ≤ 4 bar(abs) y una temperatura menor que 100°C, y por que durante la molturación se añade un agente de revestimiento, o bien agente de dopaje, de modo que al menos parte de la superficie de las partículas del material de molturación se cubren con el agente de revestimiento, o bien agente de dopaje.
- 45 Es igualmente objeto de la presente invención un molino de chorro, preferentemente un molino de chorro en contracorriente de lecho fluidizado o un molino de chorro de lecho denso o un molino de tubo ovalado o un molino de chorro en espiral, caracterizado por que se emplea un soplador, preferentemente un soplador de émbolo rotativo o un soplador radial, para la generación de presión del recurso de producción.
- El procedimiento según la invención plantea un procedimiento considerablemente optimizado en energía en comparación con los procedimientos del estado de la técnica (baja presión, baja temperatura, bajo desgaste del molino, gasto técnico reducido).
- 50 Frente a los molinos de chorro del estado de la técnica, el molino de chorro según la invención y empleado preferentemente según la invención presenta la gran ventaja de que no se requiere ningún compresor o caldera de presión para la generación de presión y de temperatura del recurso de producción, sino que se puede emplear un soplador sencillo, preferentemente un soplador de émbolo rotativo o un soplador radial. Esto reduce considerablemente el gasto técnico, disminuye los costes de adquisición y reduce los costes de mantenimiento.

También se reducen los costes de mantenimiento empleándose bajas temperaturas y presiones en el procedimiento según la invención.

Otra ventaja del procedimiento según la invención es que el procedimiento se puede realizar con molinos de chorro ya existentes.

5 La distribución de grano de productos molturados con el procedimiento según la invención, en especial el valor d_{50} , se puede ajustar análogamente a la distribución de grano obtenida por medio de un molino mecánico, o bien clasificador mecánico. Debido a la conversión de energía más eficiente, la proporción ultrafina en el material de molturación según la invención –en comparación con una molturación por medio de un molino mecánico, o bien clasificador mecánico– se puede reducir significativamente. De este modo, los materiales de molturación según
10 la invención presentan propiedades técnicas de aplicación claramente mejoradas, por ejemplo un acción de espesado reducida. Otra ventaja de los materiales de molturación según la invención es su contaminación con productos de abrasión del molino, claramente más reducida –en comparación con materiales de molturación que se generaron con molinos mecánicos, o bien mecánicos clasificadores–. Esto es muy ventajoso en especial en productos que deben presentar una pureza elevada.

15 Como ya se ha mencionado, el procedimiento según la invención posibilita realizar un revestimiento, o bien dopaje del material de molturación, junto con la molturación. Por lo tanto, esto es especialmente ventajoso también por que este revestimiento, o bien dopaje, se puede efectuar a bajas temperaturas de menos de 100°C y, por consiguiente, se pueden emplear agentes de revestimiento, o bien agentes de dopaje, o bien materiales de molturación que son sensibles a la temperatura (por ejemplo azúcares, trimetilolpropano, Tego® Rad 2300 etc.).

20 El procedimiento según la invención representa un procedimiento de molturación cuidadoso, con el que se conservan sensiblemente las propiedades fisicoquímicas del material de molturación, como por ejemplo la absorción de DBP.

Finalmente, se debe citar como ventaja que el procedimiento según la invención es aplicable universalmente, es decir, para sustancias tanto orgánicas como también inorgánicas. De este modo, el procedimiento se diferencia,
25 por ejemplo, del procedimiento descrito a partir del documento DE 10 2006 023 193, que es aplicable solo para determinadas sustancias inorgánicas.

A continuación, se explican en detalle los objetos de la presente solicitud.

En este caso, configuraciones preferentes y/o ventajosas de la invención resultan de las reivindicaciones y sus combinaciones, así como de los presentes documentos de solicitud.

30 A continuación, se explica la invención con mayor detalle únicamente de manera ejemplar por medio de ejemplos de realización con referencia a los dibujos, en los que

la Fig. 1 muestra en forma de diagrama un ejemplo de realización de un molino de chorro en un dibujo esquemático seccionado parcialmente,

35 la Fig. 2 muestra un ejemplo de realización de un aventador de un molino de chorro en disposición vertical y como sección longitudinal media esquemática, estando asignado al rotor de clasificación el tubo de salida para la mezcla de aire de clasificación y partículas de material sólido, y

la Fig. 3 muestra una rueda de clasificación de un aventador en representación esquemática y como sección vertical.

40 La invención se explica con mayor detalle únicamente de manera ejemplar por medio de los ejemplos de realización y aplicación descritos a continuación y representados en los dibujos, es decir, esta no está limitada a estos ejemplos de realización y aplicación, o a las respectivas combinaciones de características dentro de ejemplos de realización y aplicación individuales. Características de procedimiento y dispositivo resultan análogamente también de descripciones de dispositivo, o bien procedimiento, en cada caso.

45 Las características individuales que se indican y/o se representan en relación con ejemplos de realización concretos, no están limitadas a estos ejemplos de realización o a la combinación con las demás características de estos ejemplos de realización, sino que se pueden combinar con cualquier otra variante en el ámbito de los posible técnicamente, aún cuando esta no se trate por separado en los presentes documentos.

50 Signos de referencia iguales en las figuras y representaciones de dibujos individuales designan componentes iguales o similares, o componentes de acción igual o similar. Por medio de las representaciones en el dibujo se evidencian también aquellas características que no están provistas de signos de referencia, independientemente

de que tales características se describan o no a continuación. Por otra parte, también características que están incluidas en la presente descripción, pero no son visibles o se representan en el dibujo, son comprensibles para un especialista sin mayor problema.

5 En el procedimiento para la generación de partículas finas por medio de un molino de chorro, los nuevos pasos previstos mediante la presente invención son claros y comprensibles de modo que no es necesaria una representación gráfica de los pasos individuales.

El procedimiento según la invención es un procedimiento para la generación de partículas finas por medio de un molino de chorro bajo empleo de gases comprimidos como gas de molturación, caracterizado por que el gas de molturación presenta una presión de ≤ 4 bar (abs) y una temperatura menor que 100°C .

10 Además, el procedimiento se puede perfeccionar preferentemente de modo que la temperatura del gas de molturación sea menor o igual a 95°C , preferentemente menor o igual a 90°C , de modo especialmente preferente menor o igual a 80°C , y de modo muy especialmente preferente de 15 a 80°C . En una primera variante de procedimiento especial, la temperatura del gas de molturación asciende a 50 a 80°C , y en una segunda variante especialmente preferente 15 a 50°C . La temperatura del gas de molturación se mide en la entrada de gas de
15 molturación en el molino.

La presión del gas de molturación asciende preferentemente a menos de 3 bar, de modo especialmente preferente a menos de 2 bar, de modo muy especialmente preferente a menos de 1 bar, en especial preferentemente 0,5 a 1 bar, y de modo muy especialmente preferente 0,15 a 0,5 bar. Son especialmente preferentes las siguientes combinaciones de presión de gas de molturación y temperatura: 0,15 a 0,5 bar y 15 a 50°C y 0,15 a 0,5 bar y 50 a
20 80°C . Son ejemplos a tal efecto las combinaciones 0,3 bar y 20°C , o bien 0,4 bar y 75°C .

En el procedimiento según la invención se pueden molturar sustancias tanto orgánicas como también inorgánicas. Son ejemplos de sustancias orgánicas hidratos de carbono (por ejemplo azúcares) y carboximetilcelulosa.

25 Son sustancias inorgánicas preferentes sustancias sólidas inorgánicas amorfas y cristalinas. En el caso de las sustancias sólidas inorgánicas cristalinas se trata preferentemente de dióxido de titanio, óxido de aluminio y carbonato de calcio, y en el caso de las sustancias sólidas amorfas se trata preferentemente de geles, pero también de sustancias sólidas amorfas de otro tipo. Además, son preferentes sustancias sólidas inorgánicas amorfas y cristalinas como cerámica (por ejemplo cerámica sinterizada). De modo especialmente preferente se trata de sustancias sólidas que contienen o están constituidas por al menos un metal y/u óxido metálico, en especial óxidos amorfos de metales del grupo principal 3^o o 4^o del sistema periódico de los elementos. Esto se
30 considera tanto para los geles como también para las sustancias sólidas amorfas con estructura de otro tipo. Son especialmente preferentes ácidos silícicos precipitados, ácidos silícicos pirógenos, silicatos, aluminosilicatos, ácido silícico de arco voltaico, por ejemplo Amosil de la firma Quarzwerke GmbH, vidrios y geles de sílice, incluyendo geles de sílice tanto hidrogeles, aerogeles, como también xerogeles.

35 En el procedimiento según la invención se emplea preferentemente un molino de chorro en contracorriente de lecho fluidizado o un molino de chorro de lecho denso.

Para la formación de los chorros de molturación introducidos, en el ámbito de la presente invención, el concepto recurso de producción se emplea como sinónimo de los conceptos recurso de producción y gas de molturación, en principio se puede emplear como recurso de producción cualquier sustancia o mezcla de sustancias gaseosa en las condiciones de funcionamiento. De modo especialmente preferente se emplean aire y/o gas de hidrógeno
40 y/o argón y/o gases nobles, como por ejemplo helio y/o nitrógeno y/o una mezcla de los citados recursos de producción. Es muy especialmente preferente el aire. El empleo de gases inertizantes es preferente sobre todo en la molturación de materiales de molturación sensibles a la oxidación, o bien orgánicos.

45 Para la formación del chorro de molturación se puede emplear, por ejemplo, un tanque de presión, pero también un compresor, como están presentes en dispositivos de molino de chorro. No obstante, en una forma especial de realización de la presente invención, la presión del material de molturación se genera por medio de un soplador, de modo especialmente preferente por medio de un soplador de émbolo rotativo o un soplador radial. De este modo se pueden reducir claramente tanto los costes de inversión como también los costes de funcionamiento y mantenimiento de la instalación de molturación. Este nuevo molino de chorro especial con soplador para la generación del chorro de molturación es objeto de la presente invención.

50 Además, el molino de chorro se conecta preferentemente con un separador. En este caso se puede tratar de un separador interno, así como externo. De modo especialmente preferente se emplea un aventador dinámico integrado en el molino de chorro. En este caso, de modo especialmente preferente está previsto además que el aventador contenga un rotor de clasificación o una rueda de clasificación con una altura libre creciente o constante con radio decreciente, de modo que la superficie de rotor o rueda de clasificación circulada es constante al menos

aproximadamente durante el funcionamiento. De manera alternativa o adicional, puede estar previsto que el aventador contenga un rotor de clasificación o una rueda de clasificación con un tubo de inmersión, en especial recambiable, que está configurado de modo que gira concomitantemente cuando el rotor de clasificación o la rueda de clasificación rota.

- 5 Otra configuración preferente del procedimiento consiste en que esté prevista una cámara de salida de material fino, que presenta un ensanchamiento de sección transversal en el sentido del flujo.

10 En la Fig. 1 se representa de manera esquemática un ejemplo de realización de un molino de chorro 1 para la realización del procedimiento explicado anteriormente. Como ya se ha expuesto anteriormente, el procedimiento según la invención es realizable sin mayor problema con instalaciones y medios que son conocidos de por sí por el especialista, con lo cual, no obstante, no se debe expresar que el especialista conozca también los pasos individuales del procedimiento, que se creó recientemente mediante la presente invención.

15 El molino de chorro 1 según la Fig. 1 contiene una carcasa cilíndrica 2, que encierra una cámara de molturación 3, un suministro de material de molturación 4 aproximadamente en la mitad superior de la cámara de molturación 3, al menos una entrada de chorro de molturación 5 en la zona inferior de la cámara de molturación 3 y una salida de producto 6 en la zona superior de la cámara de molturación 3. En esta está dispuesto un aventador 7 con una rueda de clasificación giratoria 8, con la que se clasifica el material de molturación (no mostrado) para descargar ahora material de molturación por debajo de un determinado tamaño de grano a través de la descarga de producto 6 desde la cámara de molturación 3, y alimentar material de molturación con un tamaño de grano por encima del valor seleccionado a un proceso de molturación ulterior.

20 En el caso de aventadores, la rueda de clasificación 8 puede ser una rueda de clasificación cuyas palas (véase mas adelante, por ejemplo, en relación con la Fig. 3) limitan canales de flujo que transcurren radialmente, en cuyos extremos externos el aire de clasificación entra y arrastra partículas de menor tamaño de partícula o masa a la salida central y a la salida de producto 6, mientras que las partículas mayores o partículas de masa mayor se rechazan bajo la influencia de la fuerza centrífuga. En especial, el aventador 7 y/o al menos su rueda de clasificación 8, está equipado al menos con una característica de configuración según el documento EP 0 472 930 B1.

30 Puede estar prevista solo una entrada de chorro de molturación 5, por ejemplo constituida por un único orificio de entrada orientado radialmente o una tobera de entrada 9, para hacer que un único chorro de molturación 10 incida con energía elevada sobre las partículas de material de molturación, que llegan del suministro de material de molturación 4 a la zona del chorro de molturación 10, y descomponer las partículas del material de molturación en partículas parciales más reducidas, que son succionadas por la rueda de clasificación 8 y se transportan a través de la salida de producto 6 hacia afuera, siempre que tengan un tamaño, o bien una masa correspondientemente reducida. No obstante, se obtiene un efecto mejor con entradas de chorro de molturación 5 enfrentados diametralmente por pares, que forman dos chorros de molturación 10 que chocan entre sí, que ocasionan la descomposición de partículas más intensivamente que lo que es posible con un chorro de molturación 10, en especial si se generan varios pares de chorros de molturación.

40 Además, a modo de ejemplo, se puede influir sobre la temperatura de elaboración mediante empleo de una fuente de calefacción interna 11 entre suministro de material de molturación 4 y la zona de chorros de molturación 10, o una correspondiente fuente de calefacción 12 en la zona fuera de la alimentación del material de molturación 4, o mediante elaboración de partículas de un material de molturación ya caliente de todos modos, que llega al suministro de material de molturación 4 evitando pérdidas de calor, para lo cual un tubo de alimentación 13 está rodeado de una camisa aislante térmica 14. La fuente de calefacción 11 o 12, si se emplea, puede ser esencialmente arbitraria y, por lo tanto, se puede seleccionar empleable en ajuste a su finalidad y según la disponibilidad en el mercado, de modo que no son necesarias más explicaciones a tal efecto.

45 Para la temperatura es relevante en especial la temperatura del chorro de molturación o de los chorros de molturación 10, y la temperatura del material de molturación corresponderá al menos aproximadamente a esta temperatura de chorro de molturación.

50 Para la formación de los chorros de molturación 10 introducidos en la cámara de molturación 3 a través de entradas de chorro de molturación 5 se puede emplear cualquier sustancia o mezcla de sustancias gaseosa en las condiciones de funcionamiento. De modo especialmente preferente se emplean aire y/o gas de hidrógeno y/o argón y/o gases nobles, como por ejemplo helio y/o nitrógeno y/o mezclas de los citados recursos de producción. En este caso se debe asegurar que el contenido térmico del recurso de producción tras la tobera de entrada 9 de la respectiva entrada del chorro de molturación 5 no sea sensiblemente menor que antes de esta tobera de entrada 9. Por el contrario, ya que la energía necesaria para el desmenuzamiento de chorro por choque debe estar disponible principalmente como energía de flujo, el descenso de presión entre la entrada 15 de la tobera de entrada 9 y su salida 16 será considerable (la energía de presión se transforma en gran parte en energía de flujo), y también el descenso de temperatura será insignificante. En especial este descenso de temperatura se debe compensar

mediante el calentamiento del material de molturación, en tal medida que material de molturación y chorro de molturación 10 tienen la misma temperatura en la zona del centro 17 de la cámara de molturación 3, en el caso de al menos dos chorros de molturación 10 incidentes o un múltiplo de dos chorros de molturación 10.

5 Por el especialista son conocidos procedimientos para la configuración y realización de la elaboración del chorro de molturación 10.

10 En la representación del presente ejemplo de realización del molino de chorro 1, de manera representativa de cada alimentación de un recurso de producción o medio de producción B se describe una instalación de reserva o generación 18, como por ejemplo un tanque 18a, desde el cual se conduce el recurso de producción o medio de producción B a través de instalaciones de línea 19 para la entrada de chorro de molturación 5 o las entradas de chorro de molturación 5 para la formación del chorro de molturación 10, o bien de los chorros de molturación 10. En lugar del tanque 18a, por ejemplo también se puede emplear un compresor para poner a disposición medio de producción B correspondiente. No obstante, es especialmente preferente un soplador simple, de modo muy especialmente preferente un soplador de émbolo rotativo o un soplador radial.

15 En especial partiendo de un molino de chorro 1 equipado con tal aventador 7, proponiéndose y debiéndose entender los ejemplos de realización a este respecto solo de manera ejemplar y no limitante, con este molino de chorro 1 se realiza un procedimiento para la generación de partículas finas con un aventador dinámico integrado 7. Como recurso de producción B se emplea generalmente un fluido o gas, preferentemente el gas de hidrógeno ya mencionado o gas de helio o simplemente aire.

20 Además, es ventajoso y, por lo tanto, preferente que el rotor de clasificación 8 presente una altura libre creciente o constante con radio decreciente, es decir, hacia su eje, siendo constante en especial la superficie circulada del rotor de clasificación 8. De manera alternativa o adicional también puede estar prevista una cámara de salida de material fino (no mostrada), que presenta un ensanchamiento de sección transversal en el sentido del flujo.

En el caso del molino de chorro 1, una configuración especialmente preferente consiste en que el rotor de clasificación 8 presenta un tubo de inmersión 20 recambiable, que rota concomitantemente.

25 A continuación, se explican otros detalles y variantes de configuraciones ejemplares del molino de chorro 1 y sus componentes con referencia a la Fig. 2 y la Fig. 3.

30 Como se puede extraer de la representación esquemática en la Fig. 2, el molino de chorro 1 contiene un aventador 7 integrado, en cuyo caso, a modo de ejemplo en el caso de tipos de diseño de molino de chorro 1 como molino de chorro en contracorriente de lecho fluidizado o como molino de chorro de lecho denso, se trata de un aventador dinámico 7, que está dispuesto ventajosamente en el centro de la cámara de molturación 3 del molino de chorro 1. En función de la corriente volumétrica de gas de molturación y del índice de revoluciones del aventador se puede influir sobre la finura de material de molturación deseada.

35 En el caso del aventador 7 del molino de chorro 1 según la Fig. 2, el aventador vertical 7 completo se rodea de una carcasa de clasificador 21, que está constituida esencialmente por la parte superior de la carcasa 22 y la parte inferior de la carcasa 23. La parte superior de la carcasa 22 y la parte inferior de la carcasa 23 están provistas respectivamente de una brida periférica 24, o bien 25, orientada hacia afuera en el borde superior, o bien inferior. Ambas bridas periféricas 24, 25 se superponen en estado de incorporación o función del aventador 8 y están fijadas entre sí mediante recursos apropiados. A modo de ejemplo, son recursos apropiados para la fijación uniones roscadas (no mostradas). Como recursos de sujeción desprendibles también pueden servir pinzas (no mostradas) o similares.

40 En un punto prácticamente arbitrario de la amplitud de la brida, ambas bridas periféricas 24 y 25 están unidas entre sí a través de una articulación 26, de modo que la parte superior de la carcasa 22, tras la apertura del medio de unión de brida, se puede mover hacia arriba en el sentido de la flecha 27 frente a la pieza inferior de la carcasa 23, y la parte superior de la carcasa 22 es accesible desde abajo, así como la parte inferior de la carcasa 23 es accesible desde arriba. La parte inferior de la carcasa 23 por su lado está configurada en dos piezas, y está constituida esencialmente por la carcasa cilíndrica de espacio de clasificación 28 con la brida periférica 25 en su extremo abierto superior y un cono de descarga 29, que se estrecha hacia abajo en forma cónica. El cono de descarga 29 y la carcasa del espacio de clasificación 28 se superponen en el extremo superior, o bien inferior, con bridas 30, 31, y ambas bridas 30, 31 del cono de descarga 29 y de la carcasa del espacio de clasificación 28 están unidas entre sí a través de medios de sujeción desprendibles (no mostrados) como la brida periférica 24, 25. La carcasa de clasificación 21 compuesta de este modo está suspendida en o sobre brazos de soporte 28a, algunos de los cuales están distribuidos a distancia lo más uniforme posible alrededor del volumen de la carcasa del clasificador o compactador 21 del aventador 7 del molino de chorro 1, y tocan la carcasa cilíndrica del espacio de clasificación 28.

Una parte esencial de los elementos de inserción de la carcasa del aventador 7 es a su vez la rueda de clasificación 8 con un disco cubriente superior 32, con un disco cubriente inferior 33 del lado de la descarga, distanciado axialmente, y con palas 34 con contorno conveniente dispuestas entre los bordes externos de ambos discos cubrientes 32 y 33, unidas sólidamente a estos y distribuidas de manera uniforme alrededor del volumen de la rueda de clasificación 8. En el caso de este aventador 7 se ocasiona la tracción de la rueda de clasificación 8 a través del disco cubriente superior 32, mientras que el disco cubriente inferior 33 es el disco cubriente del lado de la descarga. El montaje de la rueda de clasificación 8 comprende un árbol de rueda de clasificación 35 accionado forzosamente de modo conveniente, que se conduce fuera de la carcasa de clasificación 21 con el extremo superior y porta con su extremo inferior la rueda de clasificación 8 de manera no giratoria dentro de la carcasa de clasificación 21 en montaje volante. La extracción del árbol de la rueda de clasificación 35 de la carcasa de clasificación 21 se efectúa en un par de placas mecanizadas 36, 37, que cierran la carcasa de clasificación 21 en el extremo superior de una sección final de carcasa 38 que transcurre en forma de cono hacia arriba, conducen el árbol de la rueda de clasificación 35 y hermetizan este paso de árbol sin impedimento de los movimientos giratorios del árbol de la rueda de clasificación 35. Convenientemente, la placa superior 36 puede estar asignada como brida al árbol de la rueda de clasificación 35 de manera no giratoria, y estar apoyada de manera giratoria sobre la placa inferior 37, que está asignada por su parte a una sección final de carcasa 38, a través de rodamientos giratorios 35a. El lado inferior del disco cubriente 33 del lado de la descarga se sitúa en el plano común entre las bridas periféricas 24 y 25, de modo que la rueda de clasificación 8 está dispuesta en su totalidad dentro de la parte superior de la carcasa 22 plegable. En la zona de la sección final de carcasa cónica 38, la parte superior de la carcasa 22 presenta además una boquilla de suministro de producto tubular 39 del suministro de material de molturación 4, cuyo eje longitudinal está orientado paralelamente al eje de giro 40 de la rueda de clasificación 8 y su árbol motor o de rueda de clasificación 35, y que descansa externamente de manera radial en la parte superior de la carcasa 22, lo más alejado posible de este eje de giro 40 de la rueda de clasificación 8 y su eje motor o de rueda de clasificación 35.

La carcasa de clasificación 21 aloja la boquilla de salida tubular 20 dispuesta en el mismo eje que la rueda de clasificación 8, que se sitúa con su extremo superior justo debajo del disco cubriente 33 del lado de la descarga de la rueda de clasificación 8, pero sin estar unida a esta. En el extremo inferior de la boquilla de salida 20 formada como tubo está aplicada una cámara de salida 41 en el mismo eje, que es igualmente tubular, pero cuyo diámetro es sensiblemente mayor que el diámetro de la boquilla de salida 20 y al menos el doble de grande que el diámetro de la boquilla de salida 20 en el presente ejemplo de realización. Por lo tanto, en la transición entre la boquilla de salida 20 y la cámara de salida 41 se presenta un claro salto de diámetro. La boquilla de salida 20 está insertada en una placa cubriente superior 42 de la cámara de salida 41. La cámara de salida 41 está cerrada inferiormente mediante una tapa desmontable 43. La unidad de construcción constituida por boquilla de salida 20 y cámara de salida 41 está soportada en varios brazos de soporte 44, que están unidos sólidamente a la unidad de construcción, distribuidos de manera uniforme en forma de estrella alrededor del volumen de la unidad de construcción, con sus extremos internos en la zona de la boquilla de salida 20, y están sujetos en la carcasa de clasificación 21 con sus extremos externos.

La boquilla de salida 20 está rodeada de una carcasa anular 45 en forma de cono, cuyo diámetro externo inferior, mayor, corresponde aproximadamente al diámetro de la cámara de salida 41, y cuyo diámetro externo superior, menor, corresponde aproximadamente al diámetro de la rueda de clasificación 8. Los brazos de soporte 44 terminan en la pared cónica de la carcasa anular 45, y están unidos sólidamente a esta pared, que es de nuevo parte de la unidad de construcción constituida por boquilla de salida 20 y cámara de salida 41 por su parte.

Los brazos de soporte 44 y la carcasa anular 45 son partes de una instalación de aire de barrido (no mostrada), impidiendo el aire de barrido la penetración de materia del espacio interno de la carcasa de clasificación 21 en la ranura entre la rueda de clasificación 8, o más exactamente su disco cubriente inferior 3, y la boquilla de salida 20. Para hacer que este aire de barrido llegue a la carcasa anular 45 y de esta a la ranura a proteger, los brazos de soporte 44 están configurados como tubos, se hacen pasar a través de la pared de la carcasa de clasificación 21 con sus secciones finales externas, y se conectan a una fuente de aire de barrido (no mostrada) a través de un filtro de succión 46. La carcasa de anillo 45 está cerrada hacia arriba mediante una placa perforada 47, y la propia ranura puede ser ajustable mediante un disco anular desplazable axialmente en la zona entre placa perforada 47 y disco cubriente inferior 33 de la rueda de clasificación 8.

La salida de la cámara de salida 41 está formada por un tubo de descarga de material fino 48, que se introduce desde fuera en la carcasa de clasificación 21 y está conectada a la cámara de salida 41 en disposición tangencial. El tubo de descarga de material fino 48 es componente de la salida de producto 6. El revestimiento de la desembocadura del tubo de descarga de material fino 48 en la cámara de salida 41 sirve como un cono deflector 49.

En el extremo inferior de la sección final cónica de la carcasa 38, a la sección final de la carcasa 38 están asignadas en disposición horizontal una espiral de entrada de aire de clasificación 50 y una descarga de material grueso 51. El sentido de giro de la espiral de entrada de aire de clasificación 50 es opuesto al sentido de giro de la rueda de clasificación 8. La descarga de material grueso 51 está asignada a la sección final de la carcasa 38

de manera desmontable, estando asignada una brida 52 al extremo inferior de la sección final de la carcasa 38 y una brida 53 al extremo superior de la descarga de material grueso 51, y estando a su vez unidas entre sí ambas bridas 52 y 53 de manera desprendible mediante recursos conocidos, cuando el aventador 7 está operativo.

5 La zona de dispersión a diseñar se denomina 54. Las bridas mecanizadas (achaflanadas) en el borde interno para control de flujo limpio y un revestimiento sencillo se denominan 55.

Finalmente, en la pared interna de la boquilla de salida 20 se coloca un tubo protector 56 recambiable como pieza de desgaste, y se puede colocar un correspondiente tubo protector 57 recambiable en la pared interna de la cámara de salida 41.

10 Al comienzo del funcionamiento del aventador 7 en el estado operativo representado, a través de la espiral de entrada de aire de clasificación 50 se introduce aire de clasificación en el aventador 7 bajo un gradiente de presión y con una velocidad de entrada seleccionada correspondientemente a la finalidad. Debido a la introducción de
 15 aire de clasificación por medio de una espiral, en especial en combinación con la conicidad de la sección final de la carcasa 38, el aire de clasificación asciende en forma de espiral en la zona de la rueda de clasificación 8. Simultáneamente se introduce el "producto" constituido por partículas de material sólido de diferente masa en la
 20 carcasa de clasificación 21 a través de la boquilla de suministro de producto 39. El material grueso, es decir, la proporción de partículas con mayor masa, llega de este producto a la zona de descarga de material grueso 51 contra el aire de clasificación, y se pone a disposición para la elaboración subsiguiente. El material fino, es decir, la proporción de partículas con menor masa, se mezcla con el aire de clasificación, llega desde fuera hacia dentro radialmente a través de la rueda de clasificación 8 a las boquillas de salida 20, a la cámara de salida 41, y finalmente a través de un tubo de salida de material fino 48 a una salida o descarga de material fino 58, así como
 25 de esta a un filtro en el que se separan el recurso de producción en forma de un fluido, como por ejemplo aire, y material fino. Los componentes de material fino más gruesos se centrifugan radialmente desde la rueda de clasificación 8 y se añaden al material grosero para abandonar la carcasa de clasificación 21 con el material grueso o rotar en la carcasa de clasificación 21 hasta que se han convertido en material fino de una granulación tal que se descarga con el aire de clasificación.

Debido al ensanchamiento abrupto de sección transversal de la boquilla 20 respecto a la cámara de salida 41, en esta tiene lugar una clara reducción de la velocidad de flujo de mezcla de material fino-aire. Por lo tanto, esta
 30 mezcla llegará a la salida de material fino 58 con muy baja velocidad de flujo por medio de la cámara de salida 41 a través del tubo de salida de material fino 48, y generará abrasión en la pared de la cámara de salida 41 solo en medida reducida. Por lo tanto, también el tubo de protección 57 es una medida altamente preventiva. No obstante, la velocidad de flujo en la rueda de clasificación 8, elevada debido a una buena técnica de separación, domina aún en la boquilla de descarga o salida 20, por lo cual el tubo de protección 56 es más importante que el tubo de protección 57. El salto de diámetro con un ensanchamiento de diámetro es especialmente significativo en la transición de boquilla de salida 20 a la cámara de salida 41.

35 Por lo demás, a su vez, el aventador 7 se puede mantener convenientemente mediante la subdivisión de la carcasa de clasificación 21 del modo descrito y la asignación de los componentes de clasificación a las carcasas parciales individuales, y los componentes dañados se pueden recambiar con gasto relativamente reducido y en el intervalo de tiempos mantenimiento cortos.

40 Mientras que en la representación esquemática de la Fig. 2 la rueda de clasificación 8 con ambos discos cubrientes 32 y 33 y la corona de palas 59 con las palas 34 dispuesta entre estos está representada aún en forma habitual, ya conocida, con discos cubrientes 32 y 33 paralelos y plano-paralelos, en la Fig. 3 se representa la rueda de clasificación 8 para otro ejemplo de realización del aventador 7 de un perfeccionamiento ventajoso.

45 Esta rueda de clasificación 8 según la Fig. 3, adicionalmente a la corona de palas 59 con las palas 34, contiene el disco cubriente superior 32 y el disco cubriente inferior 33 del lado de la descarga, distanciado axialmente, y es giratorio alrededor del eje de giro 40 y, de este modo, del eje longitudinal del aventador 7. La extensión diametral de la rueda de clasificación 8 es perpendicular al eje de giro 40, es decir, al eje longitudinal del aventador 7, independientemente de que el eje de giro 40 y, de este modo, el citado eje longitudinal, sea perpendicular u horizontal. El disco cubriente 33 del lado de la descarga rodea concéntricamente la boquilla de salida 20. Las
 50 palas 34 están unidas a ambos discos cubrientes 32 y 33. A diferencia del estado de la técnica, ambos discos cubrientes 32 y 33 tienen ahora forma cónica, y era preferente que la distancia del disco cubriente superior 32 al disco cubriente 33 del lado de la descarga de la corona 59 de las palas 34 aumentara hacia dentro, es decir, hacia el eje de giro 40, y precisamente de modo preferente continuo, como por ejemplo lineal o no lineal, y de modo más preferente que la superficie de la camisa del cilindro circulada permaneciera constante para cualquier radio entre bordes de salida de pala y boquilla de salida 20. La velocidad de descarga, que se reduce debido al radio
 55 decreciente en soluciones conocidas, permanece constante en esta solución.

Aparte de la variante de configuración del disco cubriente superior 32 y del disco cubriente inferior 33 explicada anteriormente en la Fig. 3, también es posible que solo uno de ambos discos cubrientes 32 o 33 presente forma

cónica del modo explicado y el otro disco cubriente 33, o bien 32, sea plano, como es el caso en relación con el ejemplo de realización según la Fig. 2 para ambos discos cubrientes 32 y 33. En este caso, la forma del disco cubriente no plano-paralelo puede ser tal que, al menos aproximadamente, la superficie de la camisa del cilindro circulada permanezca constante para cualquier radio entre bordes de salida de pala y boquilla de salida 20.

5 En una forma especial de realización del procedimiento según la invención se añade un agente de modificación de superficie durante la molturación. La modificación de superficie en el procedimiento según la invención es especialmente efectiva, ya que, en el caso de colisión de partículas, en el interior del molino se forma una nube de material a partir de las partículas finas molturadas, en la que se puede introducir, de modo especialmente preferente pulverizar el agente de modificación de superficie. De este modo, el agente de modificación de superficie no entra en contacto con las paredes del molino durante la reacción de unión, de modo que se evitan aglomeraciones. Estas aglomeraciones representan un gran inconveniente y un gran problema de molturación mecánica, o bien clasificadora mecánica. El agente de modificación de superficie se introduce preferentemente a través de toberas, preferentemente toberas binarias, pudiendo ser el medio de atomización el mismo medio que el gas de molturación. El lugar de pulverización está preferentemente dentro de la zona de molturación inmediata, de modo especialmente preferente a la misma altura de las toberas de molturación.

Representa una ventaja especial de este tipo de modificación de superficie el hecho de que se disponga de superficies activas/frescas producidas para el revestimiento/dopaje casi in situ –mediante la molturación–. Esto aumenta la interacción de las superficies de material de molturación con el agente de revestimiento/dopaje y puede conducir, entre otras cosas, a una unión más fuerte. Otra ventaja puede consistir en que durante la molturación se puede alcanzar una estabilización del material de molturación (por ejemplo contra reaglomeración) mediante el revestimiento/dopaje simultáneo.

En el procedimiento según la invención se pueden emplear en principio todos los agentes de modificación de superficie que se pueden pulverizar en el espacio de molturación bajo las condiciones de molturación como líquido, disolución o fusión. Agentes de modificación de superficie preferentes en el ámbito de la presente invención son silicato sódico, álcali (por ejemplo NaOH y KOH), ácidos (por ejemplo ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico), compuestos de silicio orgánicos (por ejemplo silanos modificados o no modificados, polisiloxanos, polisiloxanos orgánicos modificados, aceites de silicona, polieteracrilato de silicona), polímeros orgánicos, acrilatos, alcohol polivinílico (PVA), ceras (por ejemplo cera de polietileno) y sales metálicas (dopaje). Se citan ejemplos no exclusivos de tales agentes de modificación de superficie en el documento WO 2004/055120, el documento WO 2004/055105, el documento WO 2004/054927 o el documento EP 1477457. El contenido de estos documentos se recoge concomitantemente de manera explícita en el objeto de la presente invención.

De modo especialmente ventajoso se efectúa un revestimiento de superficie con polímeros de polieteracrilato de silicona, que se distribuyen, por ejemplo, bajo el nombre TegoRad®. De modo especialmente preferente, se trata de polímeros de polieteracrilato de silicona o polímeros de polietermetacrilato de silicona, como se describen en el documento EP 0999230 A1, y de modo muy especialmente preferente polímeros correspondientes al documento EP 0999230 A1 con un exceso de poliéter de 1 a 50 % en peso, preferentemente 5 a 30 % en peso, de modo especialmente preferente 10 a 20 % en peso. Por consiguiente, el objeto de esta solicitud de patente sin examinar se recoge concomitantemente de manera explícita en el objeto de la presente solicitud.

De modo muy especialmente preferente, en el ámbito de la presente invención, los materiales sólidos de SiO₂ amorfo, en especial ácidos silícicos de precipitación, silicatos (por ejemplo aluminosilicatos), ácido silícico de arco voltaico, ácidos silícicos pirógenos, semigeles o geles de sílice en esta variante del procedimiento según la invención, se molturan y se revisten, o bien se dopan con polieteracrilatos de silicona, alcoholes polivinílicos (PVA), acrilatos y ceras. Esta combinación de agente de revestimiento, o bien agente de dopaje, y material de molturación es especialmente preferente, ya que, en procedimientos convencionales, hasta la fecha se debía efectuar en primer lugar un revestimiento, o bien dopaje, y a continuación una molturación en molinos mecánicos, o bien clasificadores mecánicos. Con el nuevo procedimiento se consigue por primera vez reunir revestimiento, o bien dopaje, y molturación en un paso, y sin embargo obtener una distribución de tamaños de grano del material de molturación que es al menos equivalente y a menudo incluso superior al procedimiento convencional con los molinos mecánicos, o bien clasificadores mecánicos. Por lo tanto, en comparación con procedimientos convencionales, en esta combinación de materiales se ahorra por una parte un paso de procedimiento, pero por otra parte también se obtiene un producto superior, ya que el procedimiento según la invención conduce a una menor proporción de fracción ultrafina en la distribución de tamaños de grano debido a la conversión de energía más eficiente, y es posible un revestimiento/dopaje completo de las superficies del material de molturación.

Aunque con el procedimiento según la invención se pueden molturar en principio todas las sustancias sólidas orgánicas e inorgánicas, el procedimiento ofrece ventajas especiales para óxidos amorfos de metales del grupo principal 3º y 4º del sistema periódico de los elementos. Esto se considera tanto para los geles como también para las sustancias sólidas amorfas con estructura de otro tipo. Son especialmente ventajosos ácidos silícicos precipitados, ácidos silícicos pirógenos, ácidos silícicos de arco voltaico, silicatos, semigeles y geles de sílice, incluyendo los geles de sílice tanto hidrogeles, aerogeles, como también xerogeles. Estos materiales se emplean

frecuentemente en aplicaciones, por ejemplo como agente de mateado en barnices, donde se produce una distribución de tamaños de grano definida exactamente y, por ejemplo, una proporción fina demasiado elevada es dañina, ya que de este modo se reducen las propiedades de espesado. Adicionalmente a la distribución especial de tamaños de grano, en muchas aplicaciones es muy ventajosa una baja contaminación con impurezas, como por ejemplo hierro. Con el procedimiento según la invención se consigue ahora por primera vez producir óxidos amorfos de metales del grupo principal 3º y 4º del sistema periódico de los elementos, en especial dióxidos de silicio con una distribución especial de tamaños de grano en combinación con una contaminación muy baja con elementos ajenos.

Métodos de medición

10 Determinación del tamaño de partícula por medio de difracción láser

La aplicación de la difracción láser para la determinación de distribuciones de tamaños de partícula de sustancias sólidas pulverulentas se basa en el fenómeno de que las partículas dispersan, o bien difractan luz monocromática con diferente patrón de intensidad en todas las direcciones. Cuanto menor es el diámetro de la partícula irradiada, tanto mayores son los ángulos de dispersión, o bien difracción, del rayo láser monocromo.

15 La subsiguiente realización de la medición se describe por medio de muestras de ácido silícico de precipitación. La preparación de muestras y la medición se efectúa con agua VE como líquido dispersante en el caso de ácidos silícicos de precipitación hidrófilos, con etanol puro en el caso de ácidos silícicos de precipitación no suficientemente humectables con agua. Antes del comienzo de la medición se calienta el aparato de difracción de láser LS 230 (firma Beckman Coulter; intervalo de medición: 0,04 – 2000 μm) y el módulo de líquido (Small Volume Module Plus, 120 ml, firma Beckman Coulter) 2 h, y se lava el modelo tres veces con agua VE. Para la medición de ácidos silícicos de precipitación hidrófilos se realiza el proceso de lavado con etanol puro.

20 En el software del aparato del dispositivo de medición de difracción láser LS 230 se determinan los siguientes parámetros ópticos relevantes para una valoración según la teoría Mie en un archivo .rfd:

Índice de refracción del líquido dispersante B. I. $\text{Real}_{\text{agua}} = 1,332$ (1,359 para etanol)

25 Índice de refracción de la sustancia sólida (material de muestra) $\text{Real}_{\text{ácido silícico}} = 1,46$

Imaginario = 0,1

Factor de forma = 1

Además, se deben ajustar los siguientes parámetros relevantes para la medición de partículas:

Tiempo de medición = 60 s

30 Número de mediciones = 1

Velocidad de bombeo = 75 %

La adición de muestras se puede efectuar en función de la naturaleza de la muestra directamente como sustancia sólida pulverulenta por medio de una espátula, o en forma suspendida por medio de una pipeta desechable de 2 ml en el módulo de líquido (Small Volume Module Plus) del aparato. Si se alcanza la concentración de muestra necesaria para la medición (apantallamiento óptico óptimo), el software del aparato del dispositivo de medición de difracción láser LS 230 indica un "OK". Los ácidos silícicos de precipitación molidos se dispersan mediante 60 s de radiación ultrasónica por medio del procesador de ultrasonido Vibra Cell VCX 130 de la firma Sonics con convertidor ultrasónico CV 181 y pico ultrasónico de 6 mm en el caso de 70 % de amplitud y trasvase simultáneo en el módulo de líquido. En el caso de ácidos silícicos de precipitación no molidos, la dispersión se efectúa sin radiación ultrasónica mediante trasvase de 60 s en el módulo de líquido. La medición se efectúa a temperatura ambiente. A partir de los datos brutos, en base a la teoría Mie, el software del aparato calcula la distribución de volumen de tamaños de partícula y el valor d50 (mediana) por medio de los parámetros ópticos determinados previamente (archivo .rfd).

45 La norma ISO 13320 "Particle Size Analysis - Guide to Laser Diffraction Methods" describe el método de difracción láser para la determinación de distribuciones de tamaño de partícula. El especialista encuentra en esta un listado de parámetros ópticos de sustancias sólidas y líquidos dispersantes comunes, relevantes para una valoración según la teoría Mie.

Ejemplo 1:

En un molino de chorro en contracorriente de lecho fluidizado AFG 200 Aeroplex de la firma Hosokawa Alpine AG se molturó ACEMATT® HK400, de la firma Evonik Degussa GmbH, a una temperatura de entrada de aire de molturación de 76°C (temperatura del espacio interno de la cámara de molturación = 60°C) y una presión de 0,4 bar (abs) y se revistió con el polieteracrilato de silicona Tego® Rad 2300. En este caso, el agente de revestimiento se pulveriza en el molino a través de una tobera binaria (no dibujada en las Figuras 1 a 3), que se encuentra en el mismo plano que las toberas de molturación (3 toberas de molturación a distancia de 120° y entre dos de estas toberas de molturación la tobera binaria a distancia de 60°). Se suministró 7,4 por ciento en masa de TegoRad® 2300 (TegoRad® 2300 presenta un contenido en carbono de aproximadamente 43,9 % en peso). En el producto final se halló un contenido en carbono de 3,2 % en peso, es decir, bajo consideración del contenido en C de TegoRad® 2300 se obtuvo un revestimiento aproximadamente cuantitativo sin pérdida de políeter. En el caso de un revestimiento en húmedo y la misma adición porcentual de TegoRad® 2300, en el producto final se halló solo entre 2,5 y 2,8 % en peso de carbono. Por consiguiente, una cantidad considerable de agente de modificación de superficie no se encuentra sobre el ácido silícico, sino que se eliminó por lavado con el agua, en el caso de revestimiento en húmedo. Esto muestra la ventaja especial del procedimiento según la invención en el revestimiento de materiales soporte con agentes de modificación de superficie con proporciones hidrosolubles. El producto presenta un valor d_{50} de 4,7 μm .

Ejemplo 2:

Se revistió Sipernat® 50, de la firma Evonik Degussa GmbH en un molino de chorro en contracorriente de lecho fluidizado, tipo CGS 50, de la firma Netzsch-Condux, a una temperatura de aire de molturación de 80°C y una presión de 0,36 bar (abs) y con cera de PE de la firma Deurex (intervalo de fusión: 98-103 °C). La realización del revestimiento se efectúa análogamente al Ejemplo 1. El producto presenta un valor d_{50} -Wert von 5,8 μm .

Ejemplo 3:

Se molturó el ácido silícico de dentífrico abrasivo Sident® 9 der Firma Evonik Degussa GmbH una vez según el procedimiento según la invención en el molino de chorro en contracorriente de lecho fluidizado, tipo CGS 50, de la firma Netzsch-Condux, como en el Ejemplo 2. Alternativamente se molturó Sident® 9 en un molino de mecanismo percutor mecánico UPZ 160, de la firma Alpine. Con el molino de mecanismo percutor mecánico resultó una abrasión de aproximadamente 6,5 g con una tasa de producción media de aproximadamente 600 kg, esto corresponde a un aumento de la impurificación de hierro de 11 ppm. En la molturación según la invención, el aumento de impurificación de hierro se situaba en menos de 1 ppm.

Lista de signos de referencia

- 1: Molino de chorro
- 2: Carcasa cilíndrica
- 35 3: Cámara de molturación
- 4: Suministro de material de molturación
- 5: Entrada de chorro de molturación
- 6: Salida de producto
- 7: Aventador
- 40 8: Rueda de clasificación
- 9: Orificio de entrada o tobera de entrada
- 10: Chorro de molturación
- 11: Fuente de calefacción
- 12: Fuente de calefacción

- 13: Tubo de alimentación
- 14: Camisa de aislamiento térmico
- 15: Entrada
- 16: Salida
- 5 17: Centro de la cámara de molturación
- 18: Instalación de reserva o generación, preferentemente un soplador
- 19: Instalaciones de línea
- 20: Boquilla de salida
- 21: Carcasa de clasificación
- 10 22: Parte superior de la carcasa
- 23: Parte inferior de la carcasa
- 24: Brida periférica
- 25: Brida periférica
- 26: Articulación
- 15 27: Flecha
- 28: Carcasa de espacio de clasificación
- 28a: Brazos de soporte
- 29: Cono de descarga
- 30: Brida
- 20 31: Brida
- 32: Disco cubriente
- 33: Disco cubriente
- 34: Pala
- 35: Árbol de la rueda de clasificación
- 25 35a: Rodamiento giratorio
- 36: Placas mecanizadas superiores
- 37: Placa mecanizada inferior
- 38: Sección final de la carcasa
- 39: Boquilla de suministro de producto
- 30 40: Eje de giro
- 41: Cámara de salida

ES 2 848 429 T3

- 42: Placa cubriente superior
- 43: Tapa desmontable
- 44: Brazos de soporte
- 45: Carcasa anular cónica
- 5 46: Filtro de succión
- 47: Placa perforada
- 48: Tubo de descarga de material fino
- 49: Cono deflector
- 50: Espiral de entrada de aire de clasificación
- 10 51: Descarga de material grueso
- 52: Brida
- 53: Brida
- 54: Zona de dispersión
- 55: Bridas mecanizadas (achaflanadas) en el borde interno y revestimiento
- 15 56: Tubo de protección recambiable
- 57: Tubo de protección recambiable
- 58: Salida/descarga de material fino
- 59: Corona de palas

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la generación de partículas finas por medio de un molino de chorro, caracterizado por que el gas de molturación presenta una presión de ≤ 4 bar (abs) y una temperatura menor que 100°C , durante la molturación se añade un agente de revestimiento, o bien agente de dopaje, de modo que al menos partes de la superficie de las partículas del material de molturación se revisten con el agente de revestimiento, o bien agente de dopaje, y el material de molturación es SiO_2 amorfo, y el agente de revestimiento, o bien agente de dopaje, es polieteracrilato de silicona, alcohol polivinílico, acrilato o cera.
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se emplea un molino de tubo ovalado o un molino de chorro en espiral con clasificación estática.
- 15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se emplea un molino de chorro en contracorriente de lecho fluidizado o un molino de chorro de lecho denso, preferentemente con un clasificador, de modo especialmente preferente con un aventador dinámico, de modo muy especialmente preferente un molino de chorro (1) con aventador dinámico (7) integrado.
- 20 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por que el aventador (7) contiene un rotor de clasificación o una rueda de clasificación (8) con una altura libre creciente o constante con radio decreciente, de modo que la superficie circulada de la rueda o del rotor de clasificación (8) es constante al menos aproximadamente en el funcionamiento.
- 25 5.- Procedimiento según la reivindicación 3 o 4, caracterizado por que el aventador (7) contiene un rotor de clasificación o una rueda de clasificación (8) con un tubo de inmersión (20), en especial recambiable, que está configurado de modo que gira concomitantemente cuando el rotor de clasificación o la rueda de clasificación (8) rota.
- 30 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 a 5, caracterizado por que está prevista una cámara de salida de material fino (41), que presenta un ensanchamiento de sección transversal en el sentido de flujo.
- 35 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que, para la generación de presión y de temperatura del recurso de producción, se emplea un soplador simple, preferentemente un soplador de émbolo rotativo o un soplador radial.
- 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que como recurso de producción se emplea aire y/o argón y/o gases nobles, preferentemente helio y/o nitrógeno y/o una mezcla de los citados recursos de producción.
- 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que la temperatura del gas de molturación es menor o igual a 95°C , preferentemente menor o igual a 90°C , de modo especialmente preferente menor o igual a 80°C , y de modo muy especialmente preferente de 15 a 80°C , o 50 a 80°C o 15 a 50°C .
- 10.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que la presión del gas de molturación asciende a menos de 3 bar, preferentemente menos de 2 bar, de modo especialmente preferente menos de 1 bar, en especial preferentemente 0,5 a 1 bar, y de modo muy especialmente preferente 0,15 a 0,5 bar.
- 11.- Procedimiento según la reivindicación 9 o 10, caracterizado por que se realiza con la siguiente combinación de presión de gas de molturación y temperatura: 0,15 a 0,5 bar y 15 a 50°C , o bien 0,15 a 0,5 bar y 50 a 80°C .
- 12.- Producto obtenible conforme a un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10.

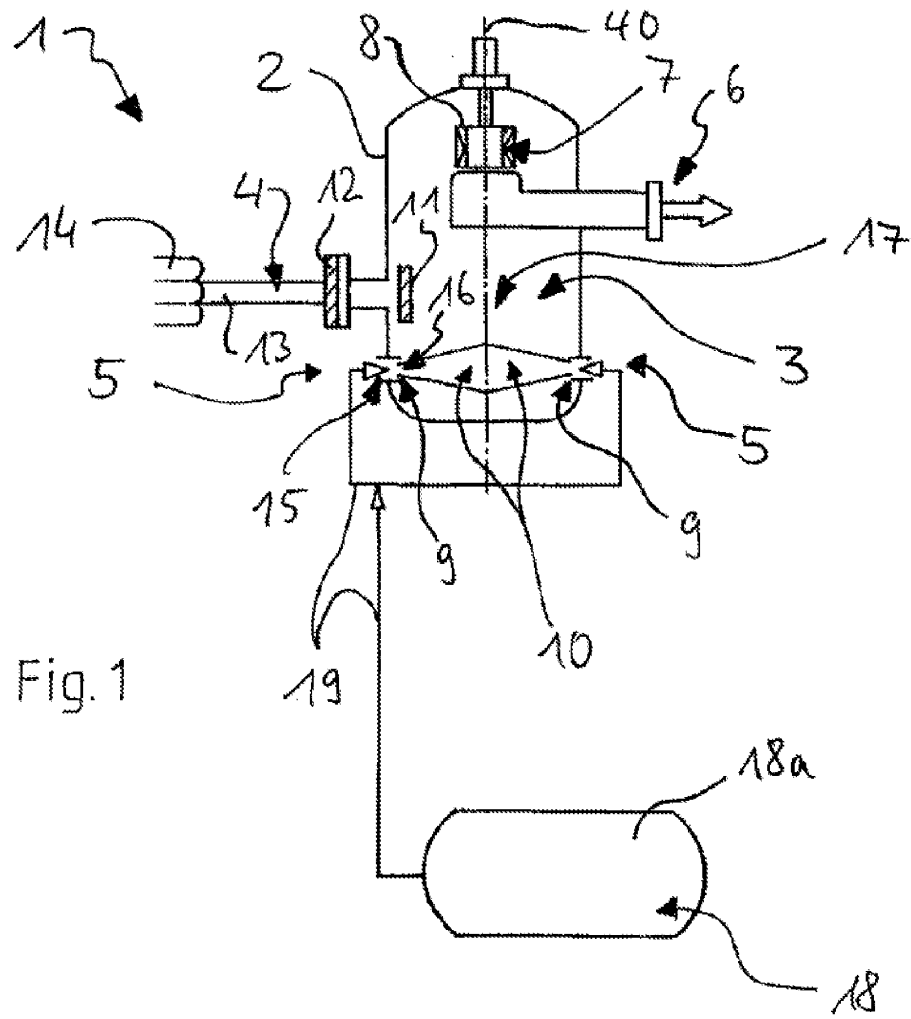


Fig. 1

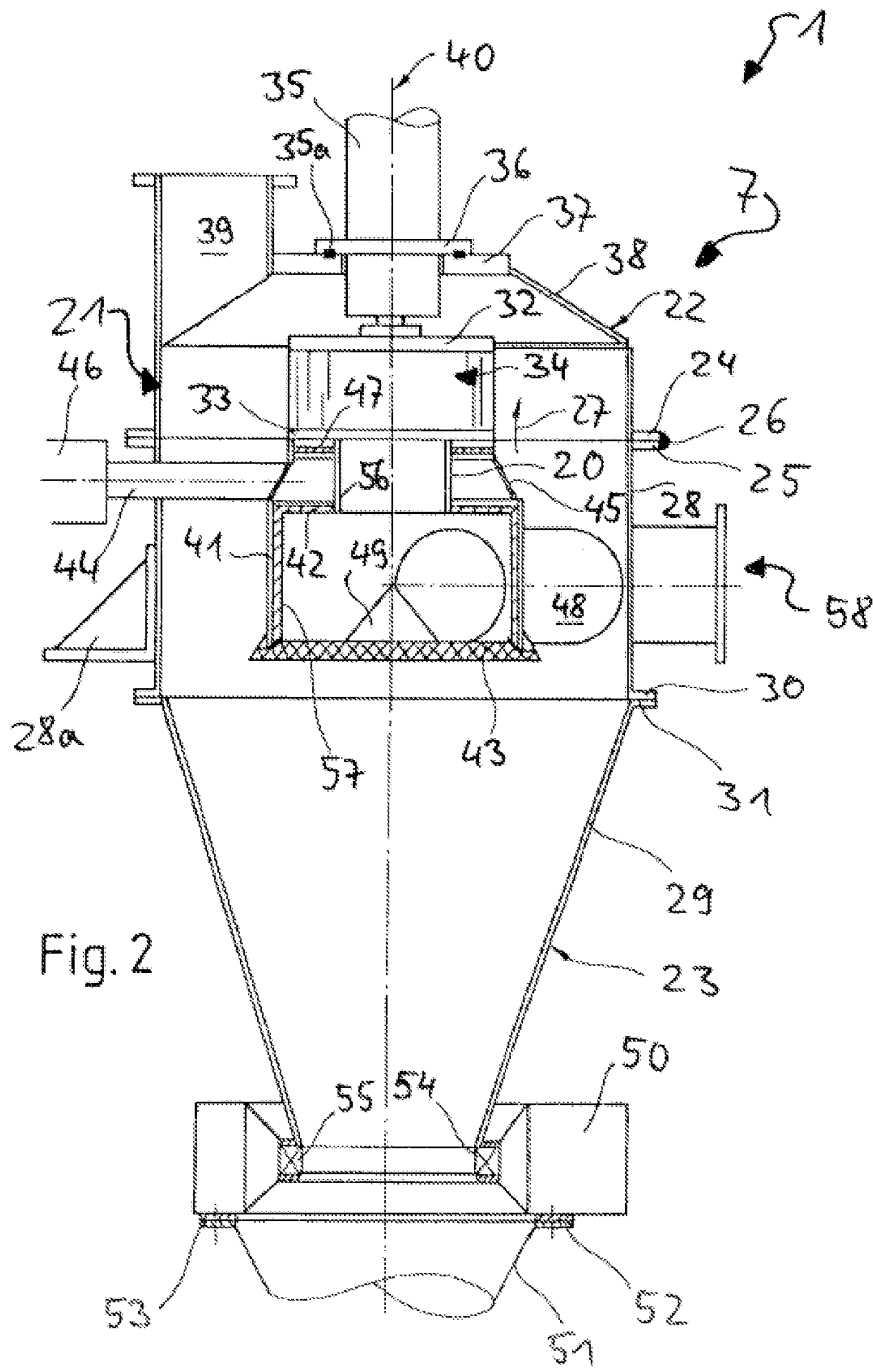


Fig. 2

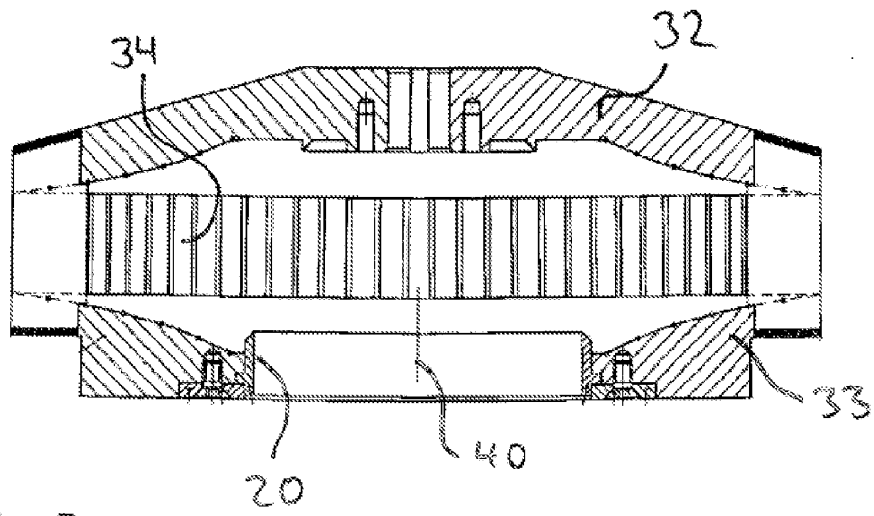


Fig. 3