



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105121023 B

(45)授权公告日 2017.08.25

(21)申请号 201480011137.5

(72)发明人 迈克尔·雷·梅利克

(22)申请日 2014.02.28

唐纳多·C·亨德森

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105121023 A

(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限公司 11219

(43)申请公布日 2015.12.02

代理人 刘慧 杨青

(30)优先权数据

61/770,475 2013.02.28 US

(51)Int.Cl.

61/860,316 2013.07.31 US

B02C 23/12(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.08.28

B02C 17/16(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2014/019335 2014.02.28

(56)对比文件

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/134415 EN 2014.09.04

CH 666832 A5,1988.08.31,

(73)专利权人 太阳化学公司

地址 美国新泽西州

US 5902711 A,1999.05.11,

US 5718388 A,1998.02.17,

US 4065060 A,1977.12.27,

审查员 生明煜

权利要求书2页 说明书11页 附图3页

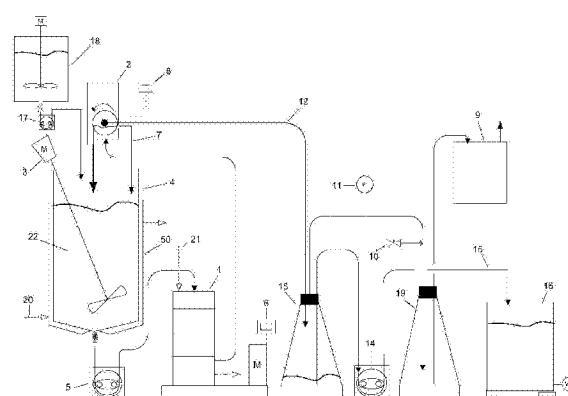
## (54)发明名称

用于在液体分散液中制造研磨的固体的装置和连续方法

## (57)摘要

本发明提供了一种用于在液体分散液中制造研磨的固体的装置和连续方法，所述方法包括几个步骤：1)形成预混料、研磨介质和预先研磨的分散液的预研磨混合物。2)对预研磨混合物进行研磨以形成研磨介质和研磨的分散液的研磨的混合物。3)从研磨的混合物中分离基本上不含研磨介质的研磨的分散液的一部分。4)通过添加另外的预混料以形成预研磨混合物而对未分离的混合物进行再循环从而产生连续的研磨方法。预混料包含液体和固体。所述方法是连续方法并且通过研磨步骤对研磨介质进行再循环。大量的研磨的分散液也通过研磨步骤被循环若干次，并且仅仅是基本上不含研磨介质的研磨的分散液的一部分作为研磨的分散液产物被去除。

CN 105121023 B



1. 一种用于在液体分散液中制造研磨的固体的连续方法,所述方法包括如下步骤:  
形成预混料、研磨介质和预先研磨的分散液的预研磨混合物;  
在研磨机中对所述预研磨混合物进行研磨以形成研磨介质和研磨的分散液的研磨的混合物;  
从所述研磨的混合物中分离包含研磨的固体的研磨的分散液的一部分,其含小于5%的研磨介质,其中分离百分比为0.01%~45%;以及  
通过添加另外的预混料以形成预研磨混合物而对未分离的混合物进行再循环从而产生连续的研磨方法;其中所述预混料包含液体和固体;  
其中所述研磨介质具有的在所述研磨介质与分散液之间的密度差小于0.5g/ml。
2. 权利要求1的方法,其中其中所述研磨介质是聚合物。
3. 权利要求1的方法,其中所述研磨步骤在一个或多个研磨机中进行,其中各个研磨机选自转子定子、直列式分散器、垂直式介质研磨机、水平式介质研磨机、罐和分散器、罐和顶式转子定子、冲击式研磨机、超声研磨机和振动式研磨机。
4. 权利要求1的方法,其中所述分离步骤通过一个或多个分离器进行,其中各个分离器选自圆筒过滤器、螺旋压力机、压力筛过滤器、非压力筛过滤器、筛网、纤维过滤器、微米孔过滤器和多孔过滤器。
5. 权利要求4的方法,其中所述螺旋压力机包含中位孔径为500微米~1微米的用多孔金属或塑料的离散的孔构造的分离筛。
6. 权利要求4的方法,其中所述压力筛过滤器或非压力筛过滤器包含中位孔径为500微米~1微米的分离筛。
7. 权利要求1~6中的任一项所述的方法,其中所述再循环步骤在进料容器中进行;其中所述进料容器将预研磨混合物进料到至少一个研磨机中。
8. 权利要求1~6中的任一项所述的方法,其中所述再循环步骤在研磨机中进行。
9. 权利要求1~6中的任一项所述的方法,其中所述再循环步骤是在预研磨混合物进入研磨机之前,将未分离的分散液直接注入预研磨混合物流中。
10. 权利要求1~6中的任一项所述的方法,其中所述分散液组分包含选自如下的固体:有机颜料,无机颜料,无定形染料,结晶染料和它们的组合物,其中所述分散液组分包含选自如下的液体介质:水,乙醇,丁醇,丙醇,正丙醇,乙二醇单醚,乙酸酯,酮,甲苯,烃和它们的混合物。
11. 权利要求1~6中的任一项所述的方法,其中被添加至未分离的混合物的分散液组分的量等于从研磨的混合物中去除的研磨的分散液的量。
12. 一种装置,其包含分离器和研磨机;  
其中将所述研磨机构造为对包含研磨介质和在液体介质中的固体或半固体粒子的预研磨混合物进行研磨从而形成研磨的分散液与研磨介质的研磨的混合物;  
其中将所述装置构造为使得研磨的混合物被进料到分离器中;  
其中将所述分离器构造为从研磨的混合物中分离含小于5%的研磨介质的研磨的分散液的一部分;以及  
其中将所得的未分离的混合物直接或间接进料回研磨机中;  
其中所述研磨介质具有的在所述研磨介质与分散液之间的密度差小于0.5g/ml。

13. 权利要求12的装置，其中所述研磨介质是聚合物。
14. 权利要求12的装置，其还包含被构造为从分离器接收未分离的混合物的进料容器；将未分离的混合物与液体介质中的另外的固体或半固体粒子混合从而在所述进料容器中形成预研磨混合物；并且将所述预研磨混合物进料到研磨机中。
15. 权利要求12~14中的任一项的装置，其中存在一个或多个研磨机，并且各个研磨机选自转子定子、直列式分散器、垂直式介质研磨机、水平式介质研磨机、罐和分散器、罐和顶式转子定子、冲击式研磨机、超声研磨机和振动式研磨机。
16. 权利要求12~14中的任一项的装置，其中存在一个或多个分离器，各个分离器选自圆筒过滤器、螺旋压力机、压力筛过滤器、非压力筛过滤器、纤维、微米孔过滤器、多孔过滤器和向心分离器。
17. 权利要求16的装置，其中所述分离器是螺旋压力机，所述螺旋压力机包含中位孔径为1微米~500微米的用多孔金属或塑料的离散的孔构造的分离筛。
18. 权利要求16的装置，其中所述分离器是压力筛过滤器并且连续运作，其中所述筛具有1微米~500微米的中位孔径。

## 用于在液体分散液中制造研磨的固体的装置和连续方法

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请在此要求如下的权益：在2013年2月28日提交的序列号为61/770,475的相同标题的临时专利申请；和在2013年7月31日提交的序列号为61/860,316的标题为“用于将研磨介质与分散液流体分离的装置和方法”的临时专利申请；所述临时专利申请的公开内容以其完整形式通过引用被并入本文中。

### 背景技术

[0003] 常规介质研磨使用比被研磨的流体分散液致密的介质，这使得介质和分散液的分离相对容易。在向心力的影响下，所述更致密的介质随着搅拌机旋转而不均衡地占据研磨机的外部区域，使得不含介质的分散液在正压下经研磨机中心而漏出。位于中心的是一个小的隔板，其理想地从不接触介质，因为其易碎且更换起来昂贵。所述隔板主要是用于防止启动/关闭期间的介质释放事故和防止偶尔偏离的介质离开研磨室。

[0004] 当介质和分散液密度接近时，向心力不再有效地作为分离方法起作用。当使用聚合介质时情况通常如此。因此，即使聚合介质具有许多优异的特性，例如提高的能量效率、降低的研磨机磨损、降低的金属污染、和经常在相同能量或输出下较好的粒度降低，但是其仍未达到陶瓷介质的广泛应用。

[0005] 利用聚合介质制造分散液的罐方法或批方法需要大量的要与预混料 (pre-mix) 预混合的介质。在研磨和介质-分散液分离之后，残留了大量的负载有分散液的介质。这种介质需要被清除或储存至再次制造相似的产品。每次改变产物时，必须清除介质，这不仅费力而且浪费了 20–40% 的粘连至介质的分散液。为了下次制造产物而将负载有分散液的介质储存在仓库中需要复杂的物流计划，并且必须使用额外的化学品以防止真菌和细菌生长以及其他可能的污染。在罐方法中，因为需要大的罐来保存高介质含量的分散液-介质混合物，所以对批尺寸加以限制。必须在原地组装大的罐而不是有效地大量制造。不论罐的大小，对于转子定子或其他高剪切装置的尺寸也有实际限制。罐方法本质上是批方法，其涉及研磨步骤及后续的分离步骤。

[0006] 因此，对于制造聚合介质研磨的分散液的方法不断地存在重大需要，所述方法使用少量的介质，这导致较少的分散液浪费并且消除了储存/物流和细菌生长问题。

### 发明内容

[0007] 用于在液体分散液中制造研磨的固体的装置和连续方法包括几个步骤：1) 形成预混料、研磨介质和预先研磨的分散液的预研磨混合物。2) 对预研磨混合物进行研磨以形成研磨介质和研磨的分散液的研磨的混合物。3) 从研磨的混合物中分离基本上不含研磨介质的研磨的分散液的一部分。4) 通过添加另外的预混料以形成预研磨混合物而对未分离的混合物进行再循环从而产生连续的研磨方法。预混料包含液体和固体。所述方法是连续方法并且通过研磨步骤对研磨介质进行再循环。大量的研磨的分散液也通过研磨步骤被循环若干次，并且仅仅是基本上不含研磨介质的研磨的分散液的一部分作为研磨的分散液产物被

去除。

[0008] 用于在液体介质中制造研磨的固体分散液的连续方法的装置包含分离器和研磨机。研磨机对包含研磨介质和液体介质中的固体或半固体粒子的预研磨混合物进行研磨从而形成研磨的分散液与研磨介质的研磨的混合物。将研磨的混合物进料到分离器中。分离器从研磨的混合物中分离基本上不含研磨介质的研磨的分散液的一部分。将所得的未分离的混合物直接或间接进料到研磨机中。

[0009] 根据附图和其说明将使这些方面和其优点显而易见。

## 附图说明

[0010] 并入本说明书并构成本说明书一部分的附图图解了实施方式，并且与上面给出的一般说明以及下面给出的实施方式的详细说明一起，用于说明本公开内容的原理。

[0011] 图1是使用圆筒过滤器的装置和连续方法的一个实施方式的示意图。

[0012] 图2是使用改进的螺旋压力机的装置和连续方法的一个实施方式的示意图。

[0013] 图3是使用加压过滤器的装置和连续方法的一个实施方式的示意图。

## 具体实施方式

[0014] 用于在液体分散液中制造研磨的固体的连续方法使用这样的分离装置，其不断地将基本上不含研磨介质的研磨的分散液的一部分从分散液-介质混合物中去除。在将完工的或研磨的分散液的部分去除后，向未分离的混合物不断地添加新的预混料。然后将预混料、研磨的分散液和介质的预研磨混合物传送经过研磨机或一连串研磨机，这再次开始循环。以这种方式，在研磨机、连接管道和分离单元的小体积内含有介质。这一方法比其他方法需要显著更少的研磨介质，其在介质和分散液的密度上差异小。所述方法是连续的并且同时包含研磨和分离。需要较少的研磨介质减少了与介质储存相关的问题，是因为制造不相容的产物时必须使用不同的介质。然而，当仅使用少量的介质时，可以有效地清洗介质而不是储存、负载有分散液。此外，这一方法由于研磨体积小的多而比使用致密介质的其他陶瓷介质研磨方法更加能量有效，允许高通量，在合理的研磨时间内制造小的粒度，具有低的金属污染，导致低的研磨机磨损，并且允许使用低成本的耐久介质。

[0015] 分散液

[0016] 在所述方法期间，预研磨混合物由预混料、研磨介质和预先研磨的分散液形成。所述预混料包含液体如水、乙醇或有机溶剂；固体如颜料；和任选地包含其他成分，如树脂、表面活性剂、分散剂、抗微生物剂等。可以以任何方式进行形成预混料混合物的步骤，所述方式例如但不限于：通过在进料容器中形成预研磨混合物；通过在预混料、研磨介质和预先研磨的分散液进入研磨机之前将它们合并；或通过在研磨机中将预混料、研磨介质和预先研磨的分散液合并。

[0017] 在一些实施方式中，分散液中的固体选自颜料如有机或无机颜料；无定形染料；结晶染料；增量剂；药用固体；粘土；金属；聚合物；树脂；无机材料；有机材料；碳纳米管；石墨烯；石墨和其他固体。在一些实施方式中，固体选自有机颜料、无机颜料、无定形染料、结晶染料和其组合物。在研磨前的形式中，固体可以在从几十微米小至几百纳米的范围内，具有通常来讲宽的粒度分布。研磨后的固体可以在从几百纳米至几十纳米或甚至更小的范围

内,具有通常来讲比研磨前的固体更小的粒度分布。

[0018] 在一些实施方式中,液体介质中的液体选自:极性溶剂,例如水、乙醇、丁醇、丙醇、正丙醇、乙二醇单醚和乙酸酯;中极性溶剂,例如酮;和非极性溶剂,例如甲苯和烃类。在一些实施方式中,液体选自水、乙醇、丁醇、丙醇、正丙醇、乙酸酯、酮、甲苯、烃类及它们的混合物。在一些实施方式中,液体为水。在一些实施方式中,液体是两种以上溶剂的混合物。在一些实施方式中,在连续方法期间改变液体的组成。

[0019] 在一些实施方式中,在至少一个研磨机中同时进行混合预混料、研磨介质和预先研磨的分散液的再循环步骤和研磨步骤。在一些实施方式中,将混合预混料、研磨介质和预先研磨的分散液的再循环步骤混在进料容器中,然后引入至少一个或多个研磨机中。

[0020] 可以几乎在需要着色的任何终端用途中使用研磨的分散液或最终分散液。这包括油墨、油漆、涂料、塑料、化妆品、药物、滤饼等。研磨的分散液比预混料更加稳定,并且在一些实施方式中,具有更高的色值、更好的色泽、更高的透明度和更高的色度。在一些实施方式中,研磨的分散液是固体粒子在液体介质中的纳米粒子分散液(具有约 200nm以下的D50粒度)。

#### [0021] 研磨介质

[0022] 研磨介质通过降低固体的平均粒度和经常降低液体介质中的粒度分布而被用于将预混料转化为研磨的分散液。在一些实施方式中,研磨介质选自陶瓷、金属如钢、硅酸盐如沙或玻璃、未溶的树脂、聚合物和淀粉。研磨介质的其他说明见于美国专利7,441,717和美国专利公开2003/0289137,将所述专利以其整体通过引用并入本文中。

[0023] 在一些实施方式中,研磨介质的形状包括但不限于粒子,例如具有基本上球形的粒子如珠子,虽然可以使用方块。在一些实施方式中,其他形状和形式可以单独使用或以组合使用。实例包括球形、卵形、圆柱形、长方体、立方体等、或具有一致或不一致的长宽比的任何构型。

[0024] 在一些实施方式中,研磨介质是聚合物。聚合物介质具有如下优点:降低被无机材料的污染,降低研磨部件上的磨损,和由于密度降低而需要更少的能量来移动。使用聚合物介质的缺点在于,由于当介质和分散液密度相近时向心分离方法无效,所以与分散液的分离更加困难。聚合物介质的常规使用的这一缺点对于这一方法不是不利的,是因为分离步骤仅去除了分散液的一部分。这降低了分离的要求并且比传统真空分离技术耗时更少。批方法的分离技术需要一次性去除几乎所有的分散液。

[0025] 一般来讲,聚合物树脂是化学和物理惰性的,基本上不含金属、溶剂和单体,并且硬度和易脆性足以使它们避免在研磨期间碎裂或粉碎。合适的聚合物树脂包括但不限于:交联的聚苯乙烯,例如与二乙烯基苯交联的聚苯乙烯;苯乙烯共聚物;聚碳酸酯;聚缩醛,例如 Delrin<sup>TM</sup>;氯乙烯聚合物和共聚物;聚氨酯;聚酰胺;聚(四氟乙烯),例如Teflon<sup>TM</sup>和其他的氟化聚合物;高密度聚乙烯;聚丙烯;纤维素醚和酯如乙酸纤维素;聚丙烯酸酯,例如聚甲基丙烯酸甲酯,聚甲基丙烯酸羟酯和聚丙烯酸羟乙酯;和含有硅酮的聚合物,例如聚硅氧烷等。可以同时使用多于一种类型的聚合物树脂。在一些实施方式中,聚合物是可生物降解的。示例性可生物降解的聚合物包括但不限于:聚(丙交酯),聚(乙交酯),丙交酯和乙交酯的共聚物,聚酸酐,聚(甲基丙烯酸羟乙酯),聚(亚氨基碳酸酯),聚(N-酰基羟基脯氨酸)酯,聚(N-十六烷酰羟基脯氨酸)酯,乙烯-乙酸乙烯酯共聚物,聚(原酸酯)、聚(己内酯) 和聚

(磷脂)。

[0026] 在一些实施方式中,非聚合物研磨介质类型可以单独使用或相互组合使用和/或还与聚合物介质类型组合使用。例如,研磨介质可以包含这样的粒子,其包含具有粘附在其上的聚合物树脂涂层的非聚合物核心。可以单独使用或与聚合物类型组合使用的非聚合物介质的实例包括但不限于陶瓷、金属和硅酸盐如沙或玻璃。

[0027] 在一些实施方式中,研磨介质的尺寸范围为从几百微米至几十微米,例如约500微米~约10微米,约300微米~约10微米,约200微米~约10微米,约100微米~约10微米,约50微米~约10微米,约300微米~约50微米,和约300微米~约100微米。一般来讲,更小的研磨介质导致更小粒度的分散液,其常常具有有利的性质如高的色泽、提高的光值和更亮的颜色。

[0028] 在一些实施方式中,聚合物研磨介质的体积密度范围为从约1.5 g/ml~约0.7g/ml,例如约1.2g/ml~约0.7g/ml,约1.0g/ml~约0.7g/ml,约0.9g/ml~约0.7g/ml,约1.5g/ml~约0.9g/ml,约1.5g/ml~约1.0g/ml,和约1.5g/ml~约1.2g/ml。在一些实施方式中,无机介质具有的体积密度超过约2g/ml,例如为2g/ml~约6g/ml,约2g/ml~约5g/ml,和约2g/ml~约3g/ml。在一些实施方式中,无机介质是中空的或空气浸渍的无机介质,所以其具有更低的体积密度。在一些实施方式中,研磨介质与分散液之间的密度差为约5g/ml~约-0.3g/ml,例如约4g/ml~约0g/ml,约3g/ml~约0g/ml,约2g/ml~约0g/ml,约1g/ml~约0g/ml,约0.5g/ml~约0g/ml,约0.4g/ml~约0g/ml,约0.2g/ml~约0g/ml,约0.1g/ml~约0g/ml,约0g/ml,约1g/ml~约-0.3g/ml,约0.5g/ml~约-0.3g/ml,或约0.1g/ml~约-0.1g/ml。

#### [0029] 研磨机

[0030] 使用一个或多个研磨机来研磨预研磨混合物。当使用多于一个研磨机时,它们可以以串联、并联或两者的组合方式使用。串联的研磨机的数目和分散液经过研磨机的平均循环数被用于控制分布的平均粒度和宽度。当并联使用研磨机时,其增加了方法的通量。

[0031] 研磨机产生剪切力以将预研磨混合物研磨成研磨的分散液。介质降低了剪切缝隙由此增加了剪切率。在一些实施方式中,一个或多个研磨机选自转子定子、直列式分散器、垂直式介质研磨机、水平式介质研磨机、罐和分散器,罐和顶式转子定子、冲击式研磨机、超声研磨机和振动式研磨机。在一些实施方式中,介质研磨机是转子定子。

[0032] 在一些实施方式中,通过用预先研磨的分散液和研磨介质装载研磨机而开始连续的研磨方法。启动研磨机并且预先研磨的分散液和研磨介质通过分离器循环。循环一旦开始,则添加预混料,并且分离器开始分离研磨的分散液的一部分。

#### [0033] 分离器

[0034] 分离器将研磨的分散液的一部分从研磨的分散液和研磨介质的研磨的混合物分离。分离的部分基本上不含研磨介质。基本上不含研磨介质是指存在可以通过本领域中已知的过滤步骤容易地去除的少量研磨介质。在一些实施方式中,基本上不含是指小于约5%,小于约4%,小于约3%,小于约2%,小于约1%,小于约0.5%,小于约0.25%,小于约0.1%,或小于约0.05%。在一些实施方式中,分离的部分没有研磨介质。

[0035] 研磨的分散液的分离的部分的量取决于目的和方法。在一些实施方式中,分离百分比为总的分散液和研磨介质循环量的约0.01质量%~约45质量%;例如为约0.1质量~

约35质量%，约1质量%～约25质量%，约1质量%～约20质量%，约1质量%～约15质量%，约1质量%～约10质量%，约5质量%～约25质量%，约5质量%～约15质量%，约5质量%～约10质量%，约10质量%～约25质量%，约10 质量%～约15%，或约15质量%～约25%。分离百分比是分离的研磨的分散液的流量相比于研磨的混合物向分离器中的流量的百分比。在一些实施方式中，分离的部分是制成品。在一些实施方式中，对分离的部分进行更多处理而成为制成品。

[0036] 在一些实施方式中，分离器选自圆筒过滤器、螺旋压力机、压力筛过滤器、非压力筛过滤器、筛网、纤维过滤器、和微米孔过滤器或多孔过滤器。在一些实施方式中，分离器选自螺旋压力机或圆筒过滤器分离器。在一些实施方式中，分离器是螺旋压力机(或螺旋钻压力机)。分离器可以是单个的分离器或者多于一个分离器。如果存在多于一个分离器，则它们可以串联或并联使用。分离器的驱动力可以为压力、重力、真空、离心力、振动、超声波或磁力。

[0037] 螺旋压力机的主要部件包括料斗、电机驱动的螺旋输送机、分离筛和背压装置。料斗接收要处理的液体-固体研磨的混合物，其通过特定地设计为在由分离筛包围的圆柱形区域内产生压力的螺旋钻而向前输送。所述螺旋钻由在锥形轴上的环形叶片构成。随着固体从进料端向排出端行进，螺旋钻轴直径增加并且螺旋钻叶片之间的间距减小，由此降低螺旋钻的运载容量。结果，向前输送的固体产生压力直到压力由背压装置所缓解。这一装置，通常是锥形金属活塞，通常通过气缸或弹簧向前驱动，从而向固体物质的排出施加阻力。当在固体中建立的压力超过由气缸或弹簧赋予的可调压力时，锥形体或其他的背压装置将被稍微地推离圆柱体，从而使得固体以连续的方式离开压力机。螺旋钻可任选地包含另外的压力建立部件，例如插入圆柱体中的销钉，迫使螺旋钻叶片有缺口或中断。销钉向固体赋予另外的阻力和所产生的背压。通过经多孔分离筛不断地和充分地大量去除液体(通常为水)，固体物质增加。

[0038] 将螺旋压力机的分离筛特定地设计为去除非纤维性的并且比在代表性螺旋压力机运作中遇到的固体小的多的固体。螺旋压力机通常用于从水分离纤维状固体，或从固体压榨一些液体产物。实例包括柑橘皮、马铃薯皮、甘蔗和蔓越橘。本方法是独特的，是因为螺旋压力机用于去除研磨介质如聚合物研磨介质，其是非纤维性的且非常小如小于300微米。筛孔径和/或几何结构必须小于研磨介质。在一些实施方式中，用离散的孔或多孔金属或塑料来构造筛。

[0039] 在一些实施方式中，分离器是压力过滤器。分离机制依赖于孔径比研磨介质小至少约2-3倍的分离筛。在例如通过使用蠕动泵或齿轮泵的正压下进料要分离的研磨介质和研磨的分散液的研磨的混合物。在研磨的混合物进入压力过滤器的圆柱形过滤室的内部后，可通过出口侧的阀对其进行限制并且使其填充所述室直至压力增加至所需水平。如果需要强迫滤液经过筛则所需压力水平可以高，在这种情况下限制阀开始是完全关闭的，然后当实现所需压力时打开。在这一模式下，出口阀重复地循环打开和关闭并且交替地填充和清空所述室。或者，限制阀可以是部分关闭的，由此保持室在低压下充满，在这种情况下过滤器在没有循环运作的情况下运作。如果滤液容易地穿过筛，则室可以在出口限制小或没有出口限制的情况下以部分满的形式运作，尽管这一模式降低了过滤器面积利用率。在一些实施方式中，过滤器可并入电机驱动的刮水片以清洗筛和将固体输送至出口。在一些

实施方式中,过滤器可以配备有外套以实现方法流的温度控制。在一些实施方式中,在压力过滤器上没有限制性阀,或阀根本没有关闭。

[0040] 在一些实施方式中,分离筛具有约500微米~约1微米的不均匀的孔径,例如约400微米~约1微米,约300微米~约1微米,约300微米~约10微米,约300微米~约20微米,约200微米~约10微米,和约100微米~约10微米。在一些实施方式中,分离筛具有均匀的孔径,其中孔径为约500微米~约1微米,例如约400微米~约1微米,约300微米~约1微米,约300微米~约10微米,约300微米~约20微米,约200微米~约10微米,和约100微米~约10微米。

[0041] 在一些实施方式中,分离筛由多孔金属或多孔塑料构成。通过将标准管凸缘焊接至管的各末端使得其连接至料斗和背压装置,可以将多孔圆柱体组装成完整的和功能性螺旋压力机筛。在一些实施方式中,通过工业中已知的常规技术如末端凸缘之间的纵向强化棒,使完成的分离筛针对由产生的压力导致的破裂进行强化。

[0042] 附图描述

[0043] 图1描述连续分散液制造方法的示意图。研磨机是转子定子(1)且分离器是一次性旋转圆筒过滤器(2)。进料容器是有不锈钢夹套的容器(4)。通过搅拌器(3)搅动进料容器(4)中的预混料和研磨介质的预研磨混合物(22)。蠕动泵(5)将预研磨混合物(22)经过转子定子(1)转移。转子定子(1)的旋转速度通过其可变频率控制器(6)进行控制。研磨介质和研磨的分散液的研磨的混合物进入圆筒过滤器(2)中,填充下面的室直至发生返回至搅拌的进料容器(3)的溢流(7)。通过电机驱动的速度控制器(8)设定圆筒过滤器(2)的旋转速度。通过台式顶真空泵(9)制造真空,并且通过经针阀(10)引入空气和监测真空计(11)而控制所需的真空水平(例如10-15英寸的Hg)。将过滤的研磨的分散液(12)转移至真空接收容器(13),并且通过调节蠕动出口泵(14)将这一容器中的产物水平保持在恒定水平。通过称重的接收容器(16)监测研磨的分散液(15)的生产率,并且经计量阀(17)将等量的新的预混料从称重的和搅动的预混料储存容器(18)量入进料容器(4)中。真空阱容器(19)防止研磨的分散液的偏离液滴进入真空泵(9)中。将来自再循环设备应用系统的冷却水(20,21)施用至进料容器夹套(50)和转子定子(1)研磨机的内部空间。

[0044] 图2描述如下的连续分散液制造方法的示意图,所述方法具有串联运作的三个直列式转子定子(1)研磨机,其利用螺旋压力机(30)作为分离器。进料容器是有不锈钢夹套的容器(4)。通过搅拌器(3)搅动进料容器(4)中的预混料和研磨介质的预研磨混合物(22)。蠕动泵(5)将预研磨混合物(22)经过串联的直列式转子定子(1)转移。各个转子定子(1)的旋转速度通过其可变频率控制器(6)进行控制。研磨介质和研磨的分散液的研磨的混合物进入螺旋压力机(30)中,所述螺旋压力机(30)用多孔金属筛(31)代替其典型的楔形丝筛。将内部螺旋钻(32)设计为增加沿着筒长度的压力,强迫研磨的分散液(40)经过多孔金属筛(31),在此以测定的速率将其收集在称重的接收容器(16)中。通过旋转的锥体(33)促进固体(41)从螺旋压力机(30)排出,所述旋转的锥体(33)向固体饼(41)施加反向压力从而增加研磨的分散液(40)经筛(31)的流动并且由此制造更干燥的固体饼(41)。对气压调节阀(34)进行调节以实现所需的分散液生产率。通过蠕动泵(17)将新的预混料从预混料储存容器(18)不断地引入进料容器(4)中。在所有时候,将来自再循环设备应用系统的冷却水(20)施用至进料容器夹套(50)和转子定子(1)研磨机的内部空间。

[0045] 图3描述如下的连续分散液制造方法的示意图,所述方法具有利用压力过滤器(60)作为分离器的高速再循环研磨机(25)。进料容器是有不锈钢夹套的容器(4)。通过搅拌器(3)搅动进料容器(4)中的预混料和研磨介质的预研磨混合物(22)。蠕动泵(5)将预混料和研磨介质的预研磨混合物(22)以及研磨介质和研磨的分散液的未分离的混合物(65)转移至高速再循环研磨机(25)。研磨介质和研磨的分散液的研磨的混合物流经自清洗过滤器(27)并且通过压力过滤器入口端口(64)进入压力过滤器(60)。压力过滤器(60)配备有过滤器筛(61)、用于不断清洗过滤器筛(61)的电机驱动的刮水片(62)和冷却夹套(63)。建立了研磨介质和研磨的分散液的未分离的混合物(65)的再循环流动。研磨的分散液(40)流经过滤器筛(61)进入称重的接收容器(16)中。经计量阀(17)将新的预混料以收集研磨的分散液(40)的相同速率从预混料储存容器(18)不断地引入进料容器(4)中。在所有时候,将来自再循环设备应用系统的冷却水(20)施用至进料容器夹套(50)和高速再循环研磨机(25)的内部空间。

#### [0046] 实施例

##### [0047] 实施例1A-利用圆筒过滤器分离单元的直列式转子定子vs.比较例1B

[0048] 以图1中所示组装系统。由IKA Works Inc.制造的型号为DR 2000/4的直列式转子定子装配有DR三级高剪切转子定子模块,并且从蠕动泵进料。泵的进料罐是四升的搅拌的不锈钢罐,其有用于利用5 °C的冷却水进行冷却的夹套。进料罐填充有1590克的由如下构成的水性预混料:25.0%的Yellow 14颜料、41.8%的Joncryl 674液体树脂、0.20%的BYK 1719消泡剂和33%的水,利用以每秒12米的叶片端速(tip speed)运行的考尔斯叶片搅拌机将其预混合60分钟。向四升的搅拌的进料罐中的预混料中添加1410克的由Glen Mills Inc. (克利夫顿,NJ) 供应的具有0.15mm~0.25mm的范围内的尺寸(球形)的韧化聚苯乙烯介质。利用桨式搅拌器将介质混合约5分钟直到充分地润湿。

[0049] 位于罐之上的一次性实验室圆筒过滤器,其由Steadfast Equipment Company (Mill Creek, WA) 制造,具有由超高分子量聚乙烯 (UHMWPE) 构成的鼓式膜,具有15微米~45微米的标称孔径。利用同样由Steadfast Equipment Company供应的1/15HP可变速度驱动器驱动圆筒过滤器。

[0050] 在运作中,将搅拌的预研磨混合物以1kg/分钟的速率泵到IKA转子定子中,所述IKA转子定子通过将其可变频率驱动器调节至50HZ 而以19m/s的叶片端速运行。然后,将研磨的混合物以1kg/分钟的速率添加到圆筒过滤器直到圆筒过滤器的底池中的产物达到溢流水平。这一以1kg/分钟的产物再循环运作在没有产物移除的情况下继续12分钟或直到3kg的研磨的混合物已经理论上通过转子定子4遍。

[0051] 然后,滤筒通过其可变频率驱动器以4rpm旋转。同时,启动下游的实验室真空泵(Gardner Denver model 2585B-01) 并且通过手动调节入口空气阀而将真空水平调节至约10英寸Hg。真空水平将分散液经过圆筒过滤器出口流量控制为125g/分钟的所需速率,其已经显示最佳地均衡了所需的生产率和产物在转子定子系统中的需要的驻留时间。随着使用另一个蠕动泵从真空接收器(密封的两升爱伦美氏烧瓶)不断地泵出产物,在实验室规模上对生产率进行监测。将另一个密封的两升爱伦美氏烧瓶放置在产物接收器和真空泵之间以捕获残余液体并防止它们进入真空泵中。由约70%的干介质和30%的连带的分散液构成的回收介质不断地从圆筒表面被刮下并且通过重力落入搅拌的容器中。在抽出产物的同时,

将新的预混料以匹配抽出产物的速率的受控速率添加至搅拌的容器中。

[0052] 允许系统不断运行任意量的时间使得处理了所需水平的分散液。此时,停止预混料的添加,并且过滤系统继续运作直到清空了搅拌的容器。这是实施例1A。收集从真空接收器去除的分散液,并分析其粒度分布以与工厂试验标准进行比较。

[0053] 用实施例1A中使用的同批颜料开始,通过当前最好的制造方法制造比较例1B。通过由SPX Corporation供应的200升的水平式Premier 介质研磨机,使用0.8mm的氧化锆二氧化硅研磨介质,对预研磨混合物连续研磨2遍。这是比较例1B。

[0054] 使用动态光散射粒度分析仪对实施例1A的粒度分布进行测定,并且如在表1中所示发现相对于比较例1B得以改进。然后,实施例1A 和比较例1B的颜料百分比含量被分别验证为25.0%和23.1%。通过将 50份的Porter 691内墙平光乳胶漆混合至1份的实施例1A分散液而对实施例1A的着色强度进行评价。利用50份的油漆对1.082克的比较例1B分散液制造比较着色样品,从而制造相同颜料浓度的着色样品。用#30Meyer棒将着色样品画在Leneta 3NT涂料纸上,并且用手持 0°/45°分光光度计对其进行评价,如表1中所示显示实施例1A的着色强度提高。

[0055] 实施例2A-利用螺旋钻分离器的串联的转子定子vs.比较例2B

[0056] 以图2中所示组装系统。串联的三个直列式转子定子(与实施例 1A中的相同)是从蠕动泵进料。进料罐和泵与实施例1A中描述的那些相同。

[0057] 进料罐填充有1500克的由如下构成的水性预混料:30%的Violet 3(甲基紫)颜料、32%的Joncryl 674液体树脂、0.20%的BYK 1719消泡剂和37.8%的水,利用以每秒12米的叶片端速运行的考尔斯叶片搅拌机将其预混合60分钟。向该预混料中添加1100克的由Glen Mills Inc. (Clifton, NJ) 供应的具有0.15mm~0.25mm的范围内的尺寸(球形) 的韧化聚苯乙烯介质。

[0058] 将预混料混合物以1kg/分钟的速率泵送经过串联的三个直列式转子定子一次。将分散器的叶片端速设定为17m/s并且使用冷却水管向直列式转子定子混合头提供冷却。

[0059] 然后,在由Vincent Corporation (Tampa, Florida) 制造的改进模型CP-4螺旋压力机中,从研磨的混合物分离研磨的分散液。通过用相等长度和直径的多孔金属筛代替标准楔形丝筒筛而制造了如图2中所示的螺旋压力机改进。由Mott Corporation (Farmington, CT) 制造的、由316L不锈钢多孔级40制成的多孔金属保留100%的聚苯乙烯介质,同时允许分散液的向外的流量足够用于实际规模高达至生产规模。在气缸机制的40psig的压缩空气中,将螺旋压力机出口上的旋转锥体限制放置在闭合的位置。启动蠕动泵并且允许螺旋压力机料斗进行填充直至内部螺旋钻刚好被进料混合物覆盖。启动螺旋压力机并且将其速度控制为50RPM。随着滤液从筛分离,将其收集在接盘中并且转移至称重的接收容器。出口流量测定为83g/分钟而聚苯乙烯介质和研磨的分散液的未分离的混合物(基于质量约30%)返回至进料罐。以抽出研磨的分散液的相同速率添加新的预混料并与进料罐中的未分离的混合物混合。

[0060] 允许系统不断运行任意量的时间使得处理了所需水平的分散液。此时,停止预混料的添加,并且过滤系统继续运作直到清空了搅拌的容器。这是实施例2A。

[0061] 对实施例2A分散液的粒度分布进行分析,以与从实施例2A中使用的相同预混料材料制造的比较例2B分散液进行比较。使用0.8mm 的氧化锆二氧化硅研磨介质,通过在由

Engineered Mills, Inc (Grayslake, IL) 制造的50ml的水平式实验室珠磨机中进行30分钟的再循环研磨,制造了比较例2B。使用动态光散射粒度分析仪对实施例2A的粒度分布进行测定,并且发现如在表1中所示相对于比较例2B得以改进。实施例2A和比较例2B的固体含量被分别测定为43.13%和44.96%。通过将各个样品混合至在PMA 023柔性版油墨载体(flexographic ink vehicle)溶液中的固体浓度为4.1%,而对实施例2A相对于比较例2B的着色强度进行评价。用#3Meyer棒将着色样品画在Leneta 3NT涂料纸上,并且用手持0°/45°分光光度计对其进行评价,如表1中所示显示实施例2的着色强度提高。

[0062] 实施例3A-利用螺旋钻分离器的串联的转子定子-驻留时间调节vs.比较例3B

[0063] 使用分散液制剂再次运作实施例2A的系统,已知所述分散液制剂通常比实施例2A的Violet 3分散液需要更少的研磨驻留时间。增加泵送速率以实现更快的抽出速率和在研磨机内的相应更低的驻留时间。

[0064] 进料罐填充有1500克的由如下构成的水性预混料:36.8%的PR122 喹吖啶酮品红颜料、27.9%的磷酸酯表面活性剂、35.1%的水和0.2%的 BYK 1719消泡剂,利用以每秒12米的叶片端速运行的考尔斯叶片搅拌机将其混合60分钟。向预混料中添加1000克的由Glen Mills Inc. (Clifton, NJ) 供应的具有0.15mm~0.25mm的范围内的尺寸(球形)的韧化聚苯乙烯介质。

[0065] 将预混料混合物以1.73kg/分钟的速率泵送经过串联的三个直列式转子定子一次。将转子定子的叶片端速设定为17m/s并且使用冷却水管向直列式转子定子混合头提供冷却。

[0066] 然后在改进的螺旋压力机中分离研磨的分散液。出口产物流量测定为143克/分钟而聚苯乙烯介质和连带的分散液(基于质量约30%)经进料罐返回至系统。然后,在进料罐处以抽出产物的相同速率将新的预混料引入系统。

[0067] 允许方法不断运行使得处理了所需水平的分散液的时间量。此时,停止预混料的添加,并且过滤系统继续运作直到清空了搅拌的容器。这是实施例3A。

[0068] 对实施例3A分散液的粒度分布进行分析,以与由实施例3A中使用的相同预混料材料制造的比较例3B进行比较。使用0.8mm的氧化锆二氧化硅研磨介质,通过在由Engineered Mills, Inc (Grayslake, IL) 制造的50ml的水平式实验室珠磨机中进行30分钟的再循环研磨,制造了比较例3B。使用动态光散射粒度分析仪对实施例3A的粒度分布进行测定,并且如在表1中所示发现相对于比较例3B得以改进。然后,实施例3A和比较例3B的固体含量被分别测定为40.06%和40.20%。然后,通过将各个样品混合至在PMA 023柔性版油墨载体溶液中的固体浓度为34.51%,而对实施例3A相对于比较例3B的着色强度进行评价。用#3Meyer棒将着色样品画在Leneta 3NT涂料纸上,并且用手持 50°/65°分光光度计对其进行评价,如表1中所示显示实施例3A的着色强度提高。

[0069] 表1-来自连续的包含的研磨实例的实验结果。

		粒度分布			着色强度
		D50 (nm)	D95 (nm)	平均值 (nm)	色彩% 强度
	<b>比较例 1B</b>	212.6	440.0	231.4	100.0 @ 605nm
	<b>实施例 1A</b>	149.2	304.0	160.6	125.9 @ 605 nm
[0070]	<b>比较例 2B (Eiger 研磨的)</b>	184.3	347.0	192.2	100.0 @ 550 nm
	<b>实施例 2A</b>	130.0	288.0	147.2	108.1 @ 550 nm
	<b>比较例 3B (Eiger 研磨的)</b>	141.5	289.3	151.4	100.0 @ 550 nm
	<b>实施例 3A</b>	127.8	238.5	134.3	121.3 @ 550 nm
	<b>比较例 4B</b>	131	249	147	100 @ 605 nm
	<b>实施例 4A</b>	82	155	93	109.8 @ 605 nm

[0071] 实施例4-利用压力过滤器的聚合物介质分离

[0072] 如图3中所示组装系统。由Netzsch Corporation制造的具有1.6 室容量的高速再循环研磨机型号LMZ 2用0.4mm楔形丝筛装配，并且使用机载蠕动泵从7加仑的有不锈钢夹套的容器进料。

[0073] 进料罐填充有7.51b的溶剂基预混料，其由如下构成：20%的 SUNBRITE Yellow 13,14-19%的硝化纤维清漆，60-65%的变性乙醇，1%的乙酸乙酯和少于1%的聚丙二醇。向预混料中添加7.85磅的具有 65微米~110微米的范围内的尺寸(球形)的聚苯乙烯介质。

[0074] 位于再循环研磨机和进料罐之间的是由Russell Finex Company制造的型号25SCF自清洗过滤器，其具有分级为20微米孔径的内部筛。该过滤器包含1/10HP电机/齿轮减速器以驱动不断清洗过滤器表面的铁氟龙刮刀。可以对配合过滤器出口的1”截止阀进行调节从而对过滤器成分提供少量的背压。

[0075] 在运作中，利用以12.2m/s的叶片端速运行的搅拌器，将搅拌的混合物以18.41b/分钟的速率泵送至研磨机室以实现4.0KW的目标功率输入率。然后，将研磨的产物添加至自清洗过滤器并且缓慢地关闭截止阀直至观察到5psi的过滤器入口压力产生0.451b/分钟的出口滤液速率。此时，以0.451b/分钟的相同速率将新的预混料添加至进料罐。允许系统不断地运行。这时，停止预混料的添加并且将内部循环的成分卸料至小容量容器。在系统内剩下的介质和产物可以在筛板振动装置中进行分离或储存为预负荷用于将来的产物运行。

[0076] 收集过滤的分散液并对其粒度分布和着色强度进行分析，以与通过两级高速再循环研磨步骤由同批的预混料制造的生产试验标准对照样品进行比较，所述两级高速再循环研磨步骤首先利用0.8mm的陶瓷介质且然后利用0.5mm的陶瓷介质，赋予来自生产规模研磨配置的最大实际颜料强度发展。然后，研磨的样品和对照样品的颜料百分比含量分别被测定为21.4%和17.4%。然后，通过将50份的Porter 691内墙平光乳胶漆混合至1份的这一研磨的分散液而对研磨的样品相对于工厂标准品的着色强度进行评价。利用50份的油漆对1.082克的工厂标准品制造比较着色样品，从而制造相同颜料浓度的着色样品。用#30 Meyer棒将着色样品画在Leneta 3NT涂料纸上，并且用爱色丽色彩计算机(X-Rite color computer)对其进行评价，如表1中所示显示这一实施例的提高的着色强度。如表1中所示，发现粒度分布和颜色强度相对于标准品有所提高。

[0077] 尽管通过描述几种实施方式说明了本公开内容，并且尽管非常详细地描述了说明

的实施方式，但是本申请人不打算将权利要求书的范围限制或以任何方式限定于这种细节。对于本领域的技术人员来讲，可以容易地显现其他优点和修改。

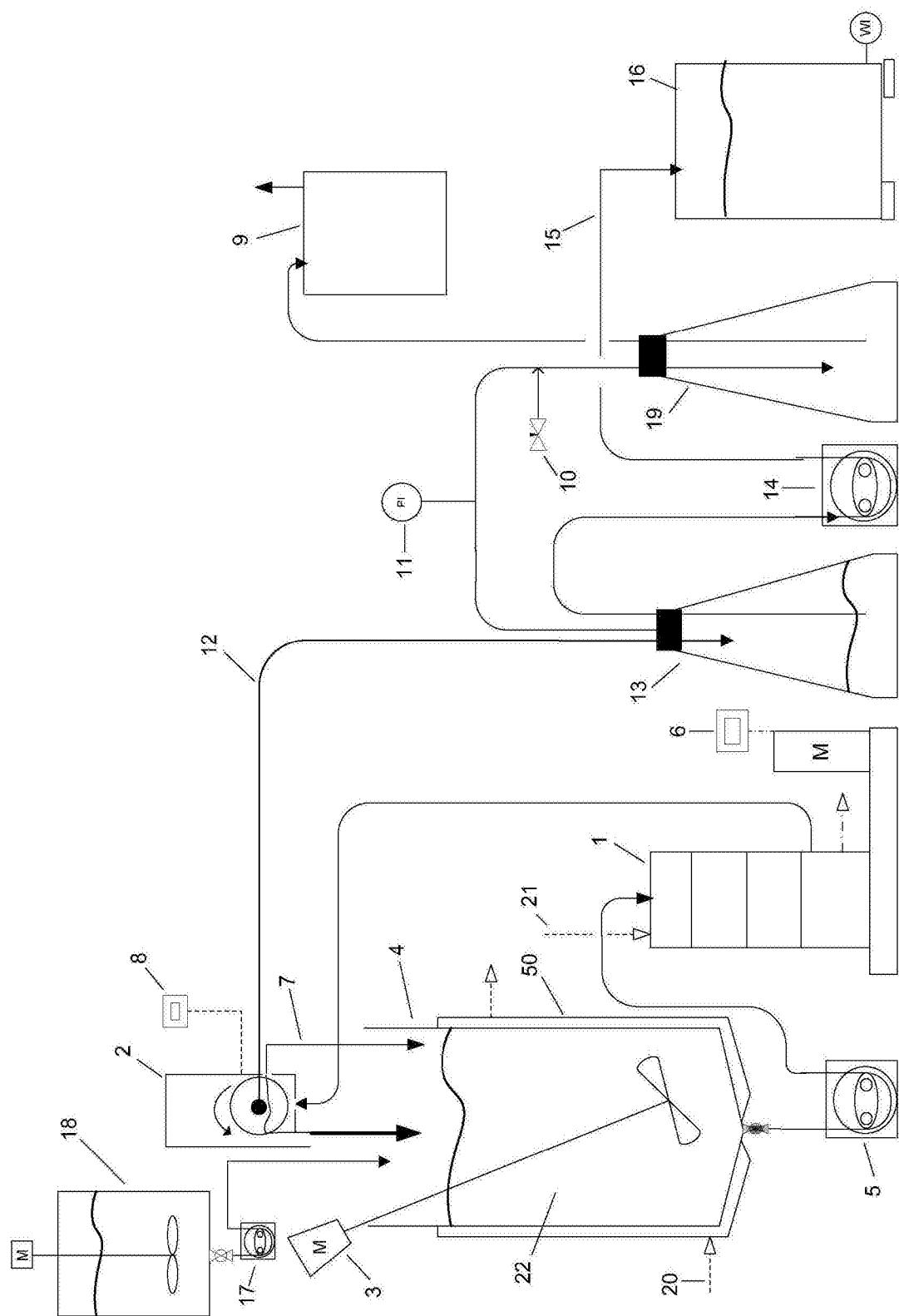


图1

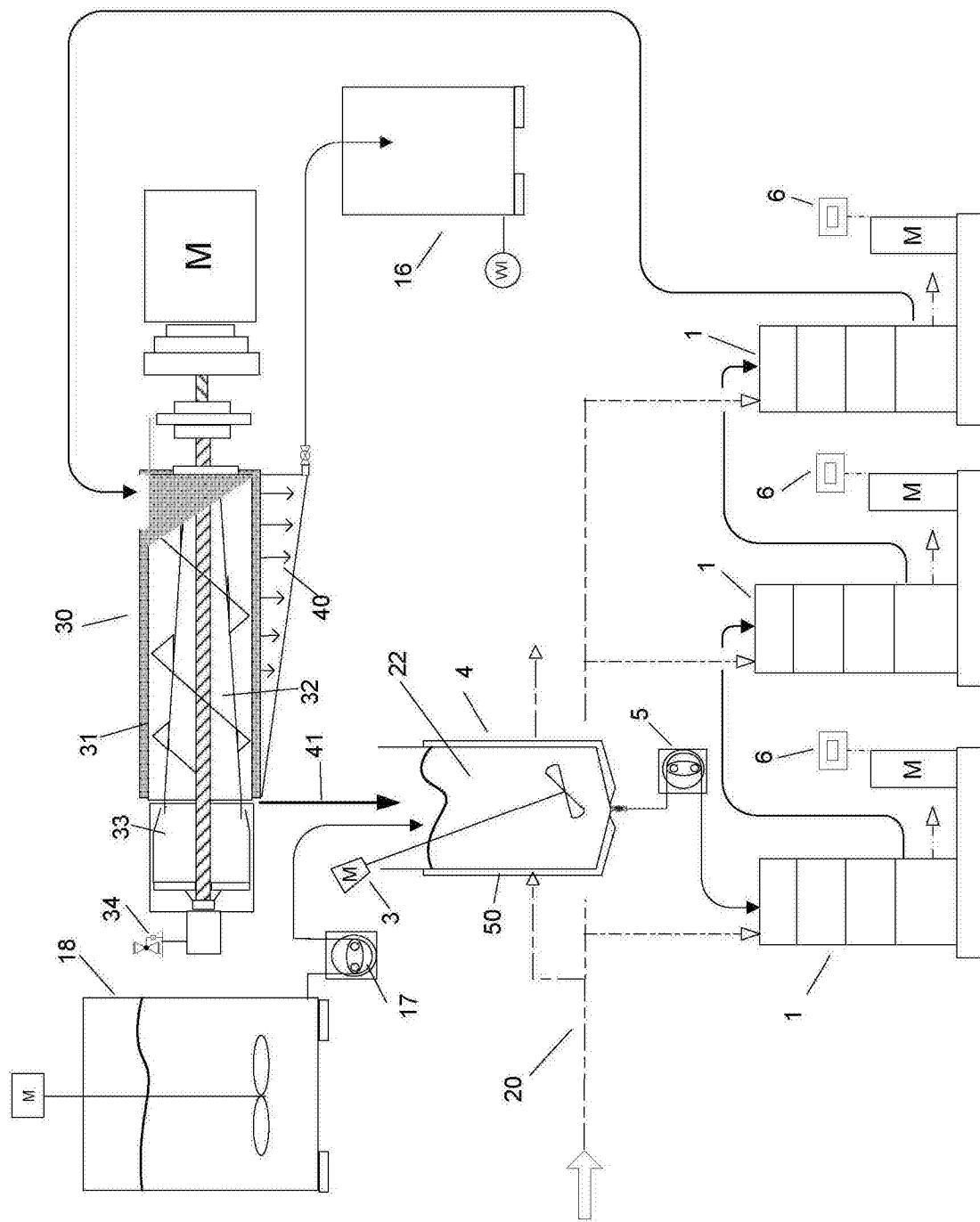


图2

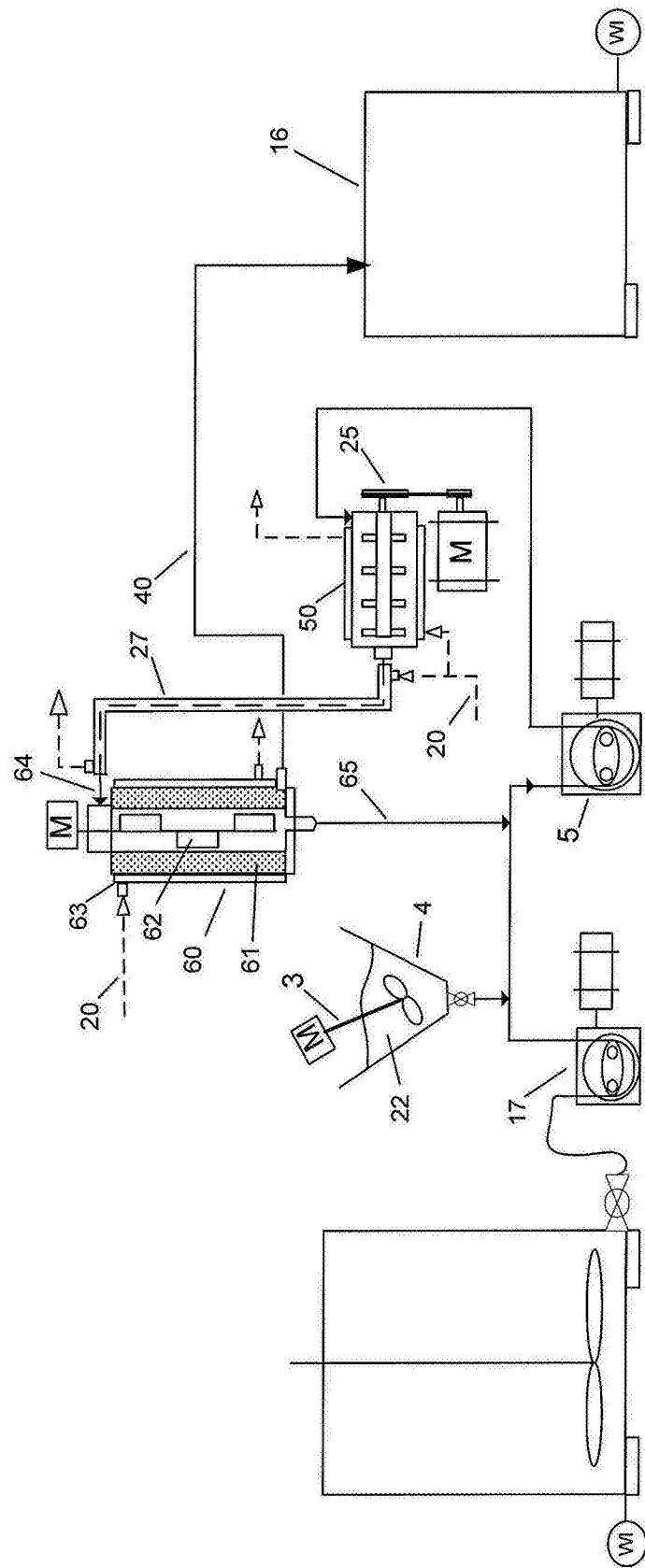


图3