

(54) Title: DEVICE FOR THE MIXING AND SUBSEQUENT ATOMIZING OF LIQUIDS

(54) Bezeichnung: VORRICHTUNG ZUM MISCHEN UND ANSCHLIESSENDEM VERSPRÜHEN VON FLÜSSIGKEITEN

(57) Abstract

The invention relates to a device for producing a rapidly solidifying mixture from several liquid components and subsequently atomizing the solidifying mixture. The device comprises a mixing chamber (4), a liquid distributor (1', 7) and N equal drop-forming nozzles (9a, 9b) which are connected to the liquid distributor. The liquids to be mixed can be fed to the mixing chamber separately and the mixing chamber presents neither significant back-mixing in those areas in which reactions can occur nor significant dead spaces in the flow in these areas. The liquid distributor (1', 7) is connected to the mixing chamber and immediately distributes the mixture flow coming from the mixing chamber to the nozzles (9a, 9b) without significant back-mixing or dead spaces in said flow, so that the flow properties of the partial flows and their dwell times in the liquid distributor are the same for each such partial flow.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung einer sich schnell verfestigenden Mischung aus mehreren Flüssigkeitskomponenten und anschließendem Versprühen der sich verfestigenden Mischung. Die Vorrichtung enthält eine Mischkammer (4), einen Flüssigkeitsverteiler (1', 7) und N gleiche, mit dem Flüssigkeitsverteiler verbundene, tropfenbildende Düsen (9a, 9b). Die zu mischenden Flüssigkeiten sind der Mischkammer getrennt zuführbar und die Mischkammer weist weder nennenswerte Rückvermischung in den Bereichen, in denen Reaktionen auftreten können, noch nennenswerte Toträume in der Strömung in diesen Bereichen auf. Der Flüssigkeitsverteiler (1', 7) ist mit der Mischkammer verbunden und verteilt den von der Mischkammer kommenden Mischungsstrom gleich auf die Düsen (9a, 9b) ohne nennenswerte Rückvermischung oder Toträume in der Strömung, so daß die Strömungseigenschaften der Teilströme und ihre Verweilzeit im Flüssigkeitsverteiler gleich sind.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

VORRICHTUNG ZUM MISCHEN UND ANSCHLIESSENDEM VERSPRÜHEN VON FLÜSSIGKEITEN

5 Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung einer sich schnell verfestigenden Mischung aus mehreren Flüssigkeitskomponenten und anschließendem Versprühen der sich verfestigenden Mischung.

10

In einigen Bereichen der Chemie tritt das Problem auf, daß aus einer Mischung niederviskoser Flüssigkeiten Feststoffe oder Gele als im wesentlichen kugelförmige Teilchen gebildet werden sollen.

15 Die zum Beispiel bei der Herstellung von Hydrogelen aus Wasserglas auftretenden Probleme werden z.B. in der DE-A-2103243 ausführlich diskutiert. Generell ergeben sich durch die Gefahr der Bildung von Verkrustungen für viele Verfahren Probleme, eine stabile Fahrweise in der Produktion zu erreichen.

20 In der DE-A-2103243 wird zur Herstellung von Hydrogelen ein Verfahren verwendet, bei dem zunächst eine sich schnell, in diesem Fall durch Gelbildung, verfestigende Mischung hergestellt wird, die dann im flüssigen Zustand direkt über eine Düse in einem Fallturm mit einem gasförmigem Medium versprüht wird, wobei die entstehenden Tropfen sich während der Fallzeit verfestigen. Wenn, wie in diesem
25 Fall, die Verfestigung chemisch erfolgt, ist es notwendig, die Eduktströme schnell möglichst homogen zu vermischen und zu versprühen, damit die Anlage nicht verstopft. Jedoch sollte die Reaktion in den Tropfen auf einer gegebenen Höhe im Sprühturm auch ungefähr gleich weit fortgeschritten sein, damit ein möglichst homogenes Produkt erreicht wird.

30

In der DE-A-2103243 wird eine Vorrichtung zur Herstellung von Hydrogelen offenbart, die gekennzeichnet ist durch eine vorzugsweise durch ein zylindrisches Rohr gebildete Mischkammer mit auf ihrer Länge versetzten Einlauföffnungen für die Eduktflüssigkeiten, die an ihrem stromaufwärtigen Ende stirnseitig verschlossen ist und deren stromabwärtiges Ende in einem Düsenmundstück endet. Bei der Vorrichtung kommt es darauf an, daß in der Mischkammer Rückvermischung und Kanten vermieden werden. Dadurch, daß nur ein Düsenmundstück vorgesehen ist, kann pro Mischkammer entweder nur eine sehr geringe Menge durchgesetzt werden oder die Düse muß, wie in dem in der obengenannten Schrift beschriebenen Beispiel, zunächst einen z.B. fächerförmigen Strahl erzeugen, der dann in Tropfen zerfällt. Der Nachteil dieses Verfahrens liegt entweder im ersten Fall im geringen Durchsatz einer solchen Misch- und Sprüh-Vorrichtung oder im zweiten Fall in einer relativ breiten Tropfenradienverteilung, die für eventuell nachfolgende Verarbeitungsschritte nachteilig ist. Weiterhin ist eine kontrollierte Veränderung der Tropfengröße schwierig.

Sollen insbesondere Geldropfen chemisch nachbehandelt werden, ist es oft wichtig, eine enge Tropfenradienverteilung zu erhalten, da die Zeit für Diffusion in die Tropfen quadratisch mit dem Tropfenradius geht.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, eine Vorrichtung zur Herstellung einer sich schnell verfestigenden Mischung aus mehreren Flüssigkeitskomponenten und anschließendem Versprühen der sich verfestigenden Mischung vorzusehen, die es erlaubt, im wesentlichen kugelförmige Tropfen mit einer engen Tropfenradienverteilung großtechnisch herstellen zu können.

Weiterhin soll die Vorrichtung Tropfen mit möglichst gleichen Materialeigenschaften liefern.

Darüber hinaus soll die Vorrichtung in dem Fall, daß es doch zu einer Verstopfung kommt, leicht zu reinigen sein.

Weiter soll die Vorrichtung leicht einen Wechsel zu anderen Tropfenradien ermöglichen.

Die Aufgabe wird gelöst durch eine Vorrichtung zur Herstellung einer sich schnell
5 verfestigenden Mischung aus mehreren Flüssigkeitskomponenten und
anschließendem Versprühen der sich verfestigenden Mischung, die dadurch
gekennzeichnet ist, daß sie einen Flüssigkeitsverteiler und N mit dem
Flüssigkeitsverteiler verbundene tropfenbildende Düsen enthält, und daß der
10 Flüssigkeitsverteiler mit der Mischkammer verbunden ist und den von der
Mischkammer kommenden Mischungsstrom auf die Düsen im wesentlichen ohne
Rückvermischung oder Toträume in der Strömung gleich verteilt, so daß die
Verweilzeiten der Teilströme im Flüssigkeitsverteiler im wesentlichen gleich sind.

Bevorzugte Ausgestaltungen ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen.

15 Mischkammer, Flüssigkeitsverteiler und Düsen sollen dabei so verbunden sein, daß
möglichst wenig Kanten, die Anlaß zu Verkrustungen geben könnten, entstehen.
Dadurch, daß der Flüssigkeitsverteiler keine nennenswerte Rückvermischung und
keine nennenswerten Toträume aufweist, wird gewährleistet, daß sich im
20 Flüssigkeitsverteiler keine Bereiche mit verfestigtem Material und damit keine
Verstopfungen bilden können.

Die Verweilzeiten in der Mischkammer und in dem Flüssigkeitsverteiler sind dabei
immer auf die Zeit bis zur Verfestigung der Mischung abzustimmen. Die
25 Dimensionen der Vorrichtung hängen stark von den Eigenschaften der sich
verfestigenden Mischung ab. Für jede Komponente der Mischung wird mindestens
eine Einlauföffnung vorgesehen, es können jedoch auch mehrere Einlauföffnungen
verwendet werden. Die Verweilzeiten in der Vorrichtung hinter der Zugabe der
letzten zu einer Reaktion notwendigen Komponente müssen auf jeden Fall kleiner
30 als die Verfestigungszeit sein. Die Größe der Mischkammer ergibt sich dann aus der
vorgegebenen Verweilzeit in der Vorrichtung und dem geforderten Durchsatz. Die

Anzahl der Düsen richtet sich im wesentlichen nach dem Durchsatz und der geforderten Tropfengröße, die bei einer gegebenen Öffnung der Düsen, typischerweise zwischen 0,5 und 5 mm, u.a. von der Reynoldszahl und Oberflächenspannung der Mischung zum Zeitpunkt des Austritts aus der Düse und
5 der Strömungsgeschwindigkeit abhängt. Die Düsen sind so anzuordnen, d.h. ihr Abstand voneinander und ihre Richtung ist so zu wählen, daß die entstehenden Tropfen nach dem Versprühen nicht kollidieren und gegebenenfalls größere Tropfen bilden.

Generell soll die Vorrichtung so ausgelegt werden, daß hohe
10 Strömungsgeschwindigkeiten auftreten, um Ablagerungen an den Wänden der Vorrichtung zu vermeiden.

Vorzugsweise erzeugen die Düsen die Tropfen durch Zerwellen einer im wesentlichen laminaren Strömung, da dadurch eine sehr enge
15 Tropfenradienverteilung erzeugt werden kann. Die dann an die Strömung zu stellenden Bedingungen sind bei der Auslegung der Vorrichtung zu berücksichtigen.

Der Vorteil der erfindungsgemäßen Vorrichtung liegt darin, daß durch die
20 Verwendung eines Flüssigkeitsverteilers, der die sich verfestigende Mischung in N gleiche Teilströme aufteilt und an die Düsen weiterleitet, und die Verwendung tropfenbildender Düsen gleichzeitig ein hoher Durchsatz und eine enge Tropfenradienverteilung erreicht werden kann.

25 Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß, da gleichzeitig die Teilströme aus einem relativ großen Mischungsstrom entnommen werden, die Stoffeigenschaften der gebildeten Tropfen praktisch gleich sind, so daß das gebildete Produkt wesentlich homogener ist, als wenn es durch Versprühen in mehreren verschiedenen Misch-Sprüh-Vorrichtungen erzeugt wird.

Ein weiterer Vorteil ergibt sich daraus, daß die Verweilzeiten der einzelnen Teilströme gleich sind, d.h., daß die Verweilzeitunterschiede der einzelnen Teilströme in dem Flüssigkeitsverteiler wesentlich kleiner als die verbleibende Zeit bis zu einer für die Strömungseigenschaften und damit die Tropfenbildung signifikanten Vergrößerung der Viskosität sind, was zu homogenen Produkteigenschaften, d.h. gleichen Eigenschaften der sich verfestigenden Mischungen an den einzelnen Düsenöffnungen führt.

Vorzugsweise sind die Düsen gleich; der Flüssigkeitsverteiler ist dann vorzugsweise so ausgebildet, daß an den Düsen im wesentlichen gleiche Strömungseigenschaften (d.h. Druck, Geschwindigkeit, Laminarität, usw.) herrschen. Durch die Gleichheit der Strömungseigenschaften an den gleichen Düsen sind die Tropfenradienverteilungen der einzelnen Düsen im wesentlichen gleich, so daß insgesamt eine besonders enge Tropfenradienverteilung bei großem Durchsatz erreicht werden kann.

Die Mischkammer wird vorzugsweise durch ein zylindrisches Rohr mit mindestens zwei auf seiner Länge versetzten Einlauföffnungen gebildet, das an seinem stromaufwärtigen Ende stirnseitig verschlossen ist. Der Abstand der Einlauföffnungen in Richtung der Rohrachse beträgt zwischen 0 und 50 cm, vorzugsweise zwischen 1 und 20 cm, besonders bevorzugt zwischen 2 und 5 cm.

Diese Mischkammer ist sehr leicht herzustellen und weist kaum Rückvermischung oder Toträume der Strömung auf, wodurch Bereiche der Mischung, in denen die Verfestigung schon weiter fortgeschritten ist, vermieden werden; so wird ein stabiler Betrieb gewährleistet.

Die Mischkammer kann auch statt mehrerer Einlauföffnungen, durch die die gleiche Flüssigkeit eingelassen wird, Schlitze aufweisen, durch die die Flüssigkeit eingelassen wird.

Vorzugsweise verläuft in dieser Mischkammer mindestens die oberste Einlauföffnung tangential zur Rohrwand und die darunterliegenden Einlauföffnungen axial zum

Rohr, um eine bessere Vermischung der Eduktströme zu gewährleisten. Die Einlauföffnungen unterhalb der untersten tangentialen Einlauföffnung befinden sich dabei vorzugsweise in einem so geringen Abstand von den tangentialen Einlauföffnungen, daß der von den tangentialen Einlauföffnungen erzeugte Drall noch nicht durch Reibung verschwunden ist und so durch eine turbulente Strömung eine gute Durchmischung erzeugt wird, eine Rückvermischung aber nicht stattfindet.

Die für die Mischung notwendige Turbulenz sollte jedoch nicht zu einer Rückvermischung führen. Daher wird der Rohrquerschnitt für einen gegebenen Durchsatz vorzugsweise eher klein gewählt, um eine hohe konvektive Strömungsgeschwindigkeit und damit eine Vermeidung möglicher Rückvermischung zu erreichen.

Die Mischkammer kann weiterhin in stromabwärtiger Richtung eine Nachmischzone enthalten, in der sich die für eine gute Mischung notwendigen Turbulenzen abbauen können und/oder die Verfestigungsreaktion schon zu einem gewissen Teil ablaufen kann.

Vorzugsweise umfaßt der Flüssigkeitsverteiler einen äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper und einen in den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper gepreßten inneren Flüssigkeitsverteilerkörper mit N, gegebenenfalls gleichen, Düsen, wobei der äußere Flüssigkeitsverteilerkörper einen mit der Mischvorrichtung verbundenen Einlaßkanal und einen von diesem Einlaßkanal ausgehenden Hohlraum aufweist, und der in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers gepreßte innere Flüssigkeitsverteilerkörper innerhalb des Hohlraums die gleiche Form wie der Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers hat und auf dem Umfang des inneren Flüssigkeitsverteilers oder auf der Fläche des Hohlraums N Nuten verteilt sind, die sich vom stromaufwärtigen Ende des Hohlraums zu den Düsen am stromabwärtigen Ende der Nuten erstrecken, und die Düsen sich entweder im äußeren oder inneren Flüssigkeitsverteilerkörper befinden.

Dadurch, daß der innere Flüssigkeitsverteilerkörper genau in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers paßt und in diesen gepreßt wird, dichtet er den Flüssigkeitsverteiler ab, die Mischung kann nur durch die Nuten fließen. Der Vorteil dieser Konstruktion liegt darin, daß die Nuten in dem Flüssigkeitsverteiler einfach mit großer Genauigkeit herzustellen sind. Durch die große Genauigkeit wiederum kann die Gleichheit der Teilströme besser gewährleistet werden.

Befinden sich die Nuten und die Düsen in verschiedenen Flüssigkeitsverteilerkörpern, ist es essentiell, die Düseneingänge und die Nuten sehr gut zur Deckung zu bringen, so daß sich keine Strömungshindernisse ergeben.

Um das Auftreten von Kanten möglichst zu vermeiden, ist es vorteilhaft, den äußeren Flüssigkeitskörper und die Mischkammer direkt miteinander zu verbinden oder vorzugsweise aus einem Stück zu bilden. Wird die Mischkammer durch ein zylindrisches Rohr gebildet, sind vorzugsweise die Durchmesser von Rohr und Einlaßkanal gleich und ihre Achsen parallel.

Aus dem gleichen Grund ist es vorteilhaft, wenn der Flüssigkeitsverteilerkörper die Düsen enthält, der auch die Nuten enthält, d.h. von den Nuten aus geeignete Düsenöffnungen aus dem entsprechenden Flüssigkeitsverteiler herausführen.

Vorzugsweise befinden sich die Düsen im inneren Flüssigkeitsverteilerkörper, da dieser keinen Hohlraum aufweist und so in der Regel einfacher zu fertigen ist.

Vorzugsweise befinden sich aus dem gleichen Grund die Nuten auf dem Umfang des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers.

Bei einer geeigneten Form des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers können insbesondere in dem Fall, daß die Nuten im äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper verlaufen, die Öffnungen der Nuten an ihrem Ende als Düsen dienen.

Vorzugsweise erstreckt sich der innere Flüssigkeitsverteilerkörper aus dem Hohlraum heraus bis in den Einlaßkanal und endet dort in stromaufwärtiger Richtung sich verjüngend, so daß er den Flüssigkeitsstrom schon im Einlaßkanal aufspaltet. Hierdurch kann eine besonders gleichmäßige Aufteilung des Mischungsstromes ohne Rückvermischung gewährleistet werden.

Vorzugsweise wird der Hohlraum in dem äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper so gestaltet, daß dieser sich in stromabwärtiger Richtung nicht verengt und der innere Flüssigkeitsverteilerkörper von außen in den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper u.U. unter Drehung eingepreßt werden kann. In diesem Fall ist es besonders vorteilhaft, Nuten und Düsen in dem inneren Flüssigkeitsverteilerkörper auszubilden. Durch diesen Aufbau kann der Flüssigkeitsverteiler leicht, z.B. zur Wartung oder zur Änderung der Tropfengröße, zerlegt werden.

Um den gemischten Strom möglichst gleichmäßig und mit gleichen Verweilzeiten für die Teilströme aufteilen zu können, weist der Flüssigkeitsverteiler vorzugsweise eine Rotationssymmetrie entsprechend der vorgegebenen Anzahl N der Düsen auf. Genauer weist der Hohlraum eine Rotationssymmetrie um eine zu der Richtung des Einlaßkanals parallele Symmetrieachse auf, so daß durch Symmetriedrehungen die Positionen der Düsen ineinander überführt werden können, und erstreckt sich ausgehend von einer zu der Symmetrieachse senkrechten Fläche an dem stromabwärtigen Ende des Einlaßkanals entlang der Symmetrieachse bis zu dem Ende des Körpers. Bei N Düsen kann sich die Form des Hohlraums also beispielsweise durch sukzessive Drehung eines eine Düse enthaltenden Sektors mit einem Winkel von $360^\circ/N$ um Vielfache von $360^\circ/N$ ergeben. Der in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers gepreßte innere Flüssigkeitsverteilerkörper weist die gleiche Symmetrie wie der Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers auf und hat in dem Teil, der in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers gepreßt ist, die Form des Hohlraums, so daß der Einlaßkanal entsprechend abgedichtet wird. Der innere Flüssigkeitsverteilerkörper reicht jedoch, sich weiter in stromaufwärtiger Richtung

verjüngend, in den Einlaßkanal hinein, um zum einen den durch den Einlaßkanal fließenden Gesamtstrom aufzuspalten, zum anderen um Toträume zu vermeiden. Die Nuten erstrecken sich vom stromaufwärtigen Ende des Hohlraums zu den Düsen und sind vorzugsweise entsprechend der Symmetrie verteilt.

5

Vorzugsweise sind die Nuten in gleichen Abständen auf dem Umfang des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers verteilt. Die Düsen führen dann vorzugsweise vom stromabwärtigen Ende der Nuten in einer Höhe zwischen der äußeren Begrenzungsfläche des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers und dem stromaufwärtigen Ende des Hohlraums beginnend zu der äußeren Begrenzungsfläche des inneren Flüssigkeitsverteilers.

10

Durch die hohe Symmetrie des Flüssigkeitsverteilers sind alle Teilströme äquivalent und damit die Strömungsverhältnisse und Verweilzeiten für alle Teilströme im wesentlichen gleich. Dies führt zu einer vergleichsweise engen Gesamtverweilzeitverteilung im Flüssigkeitsverteiler und damit zu einem sehr homogenen Produkt. Die Gleichheit der Strömungsverhältnisse in allen Düsen führt zu einer engen Tropfenradienverteilung.

15

20

Die Düsenöffnungen enden vorzugsweise in einer scharfen Kante, die die Bildung und den Abriß einzelner Tropfen mit einer nur kleinen Streuung in den Tropfenradien gewährleistet.

25

Vorzugsweise läuft der innere Flüssigkeitsverteilerkörper stromaufwärts in einer Spitze aus, um eine gute Aufteilung des aus dem Einlaßkanals kommenden Stroms ohne Rückvermischung und die damit verbundene Verbreiterung der Verweilzeitverteilung zu erzielen.

30

Die Querschnittsfläche des Hohlraums verkleinert sich vorzugsweise auf der ganzen Länge in stromabwärtiger Richtung nicht, sondern vergrößert sich nur. Da sich der innere Flüssigkeitsverteilerkörper dann auch in stromaufwärtiger Richtung verjüngt, kann er einfach von unten in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers

gepreßt werden. Damit kann er leicht zur Wartung aus dem Flüssigkeitsverteiler
genommen werden. Ebenso ist durch Austausch des inneren
Flüssigkeitsverteilerkörpers ohne Änderungen an der Mischvorrichtung leicht durch
Einbau eines einzigen anderen inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers mit Düsen
5 anderen Durchmessers ohne Modifikationen an der Mischkammer die Tropfengröße
variierbar.

Ein weiterer Vorteil dieser Bauform liegt darin, daß der innere
Flüssigkeitsverteilerkörper sich selbst zentriert, wenn er in den äußeren
10 Flüssigkeitsverteilerkörper gepreßt wird, was Austausch oder Wechsel in einer
Produktionsanlage erheblich vereinfacht.

Vorzugsweise wird in diesem Fall der innere Flüssigkeitsverteilerkörper durch eine
Überwurfmutter, die auf den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper geschraubt wird, in
15 diesen gepreßt. Diese Art der Befestigung erlaubt eine einfache, aber sichere
Befestigung des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers.

In einer Ausführungsform kann der Querschnitt des Hohlraums ein gleichseitiges N-
Eck sein. In diesem Fall hat der Hohlraum vorzugsweise die Form eines
20 Pyramidenstumpfs. Um eine möglichst gleiche Flüssigkeitsverteilung ohne Toträume
zu gewährleisten, hat der innere Flüssigkeitsverteilerkörper dann die Form einer in
den Pyramidenstumpf passenden Pyramide.

Besonders günstig ist ein kreisförmiger Querschnitt des Hohlraums, da er besonders
25 einfach und präzise herzustellen ist, wobei als Hohlraumform ein Kegelstumpf, der
mit dem Durchmesser des Einlaufkanals endet, bevorzugt ist. In diesem Fall hat
auch wegen der einfachen und präzisen Herstellung der innere
Flüssigkeitsverteilerkörper bevorzugt die Form eines in den Kegelstumpf passenden
Kegels. Diese Anordnung erlaubt aufgrund der sehr hohen Symmetrie eine einfache
30 und doch sehr präzise Herstellung und dementsprechend gute Gleichheit von
Verweilzeiten und Strömungsbedingungen in den Kanälen.

Die Vorrichtungen können aus an sich beliebigen Materialien, die eine hinreichende Festigkeit und gegebenenfalls Korrosionsbeständigkeit aufweisen, hergestellt sein. So kann es sich bei dem Material um geeignete Stähle, insbesondere Edelstähle, Gläser, Kunststoffe oder faserverstärkte Kunststoffe handeln. Es ist auch denkbar,
5 die einzelnen Teile der Vorrichtung aus verschiedenen Materialien zu fertigen.

Um Korrosion und/oder ein Anhaften von Verunreinigungen zu vermeiden, kann die Innenwand der Vorrichtung mit geeigneten Materialien beschichtet sein, wie z.B. Emaille oder Antihafbeschichtungen wie PTFE oder PVDE.

Weiterhin kann gegebenenfalls, um die Geschwindigkeit der Verfestigung besser kontrollieren zu können, die Temperatur der Vorrichtung durch Kühlen oder Heizen kontrolliert werden. Zu diesem Zweck kann die Düse entweder mit einem Heiz- bzw. Kühlmantel versehen oder mit Heiz- bzw. Kühlkanälen ausgerüstet werden.

Die Vorrichtung kann für große Durchsätze auch so gestaltet werden, daß mehrere erfindungsgemäße Flüssigkeitsverteiler kaskadenartig hintereinander geschaltet werden, wobei bei allen Flüssigkeitsverteilern bis auf die Flüssigkeitsverteiler der in stromabwärtiger Richtung letzten Kaskadenstufe die Düsen durch geeignete Kanäle
20 ersetzt und mit den Einlaßkanälen der folgenden Flüssigkeitsverteiler verbunden werden. Die Anzahl der verwendbaren Stufen ist nur dadurch begrenzt, daß die Summe der Verweilzeiten in der Mischkammer und den einzelnen Flüssigkeitsverteilern kleiner als die Verfestigungszeit bleiben muß.

Vorzugsweise wird die Vorrichtung zur Herstellung von Gelen benutzt. Dabei ist zu beachten, daß die Reihenfolge der Zuführung der Reaktanden so gewählt ist, daß keine festen Bestandteile entstehen können. Wird beispielsweise die Gelbildung durch eine Änderung des pH-Wertes hervorgerufen, sollte die pH-ändernde Flüssigkeit nicht als letzte zugegeben werden, da sie dann lokal mit relativ hoher
30 Konzentration eindosiert wird und die Gefahr besteht, daß es so zu einer vorzeitigen Gelbildung kommen kann. Eine Zuführung in der umgekehrten Reihenfolge birgt

diese Gefahr nicht. Besonders bevorzugt ist hierbei die Herstellung von SiO₂-Gelen, bevorzugt SiO₂-Hydrogelen aus Wasserglas. Die Düse kann auch zum Versprühen eines Eduktstromes, beispielsweise einer Dispersion, Lösung oder Schmelze verwendet werden. Der Einsatz einer Mischstrecke ist dafür nicht erforderlich.

5

Gegenstand der Erfindung ist daher ebenfalls eine Vorrichtung zum Versprühen eines Eduktstromes dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung einen Flüssigkeitsverteiler 1',7 und N mit dem Flüssigkeitsverteiler 1',7 verbundene tropfenbildende Düsen 9a, 9b, ... enthält und daß der Flüssigkeitsverteiler 1',7 und die N Düsen 9a, 9b, ... so angeordnet und gestaltet sind, daß der Eduktstrom im wesentlichen ohne Rückverwirbelung oder Toträume in der Strömung gleich auf die N Düsen verteilt wird, so daß die Verweilzeiten der N Teilströme im Flüssigkeitsverteiler 1',7 im wesentlichen gleich sind. Diese Vorrichtung ist mit den in den Ansprüchen 5,6,8,9,10,11,13,14,15,16,17, 18,19,20,21,22,23 und 24 offenbarten Merkmalen kombinierbar.

10

15

Zwei Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung werden in den Figuren dargestellt und im folgenden näher beschrieben.

20

Es zeigen

Fig. 1 einen Längsschnitt durch eine erste Misch-Sprüh-Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung,

Fig. 2 einen weiteren Längsschnitt durch die Misch-Sprüh-Vorrichtung aus Figur 1,

Fig. 3 einen Querschnitt durch die Vorrichtung in Figur 1 auf Höhe der oberen Rohrzuleitung,

25

Fig. 4 einen Querschnitt durch den inneren Flüssigkeitsverteilerkörper der Vorrichtung in Figur 1,

und Fig. 5 zeigt einen Querschnitt durch den inneren Flüssigkeitsverteilerkörper einer zweiten Ausführungsform gemäß der vorliegenden Erfindung.

30

In Figur 1 ist ein äußeres zylindrisches Gehäuse 1 mit zwei auf seiner Länge versetzten Rohrzuleitungen 2 und 3 versehen. Durch diese Rohrzuleitungen werden über Kanäle 10 und 11 die Komponenten, die die Mischung bilden in die koaxial in dem Gehäuse ausgebildete Mischkammer 4 gebracht, die auf ihrer Stirnseite 5 verschlossen ist.

Fig. 3 zeigt einen Querschnitt durch die Vorrichtung auf der Höhe der Mischkammer 4. Die obere Rohrzuleitung 2 führt über einen tangentialen Kanal 10 die erste Komponente tangential in den Mischraum 4 ein, so daß die durch ihn eingebrachte Komponente mit Drall in die Mischkammer strömt. Darunterliegend, gestrichelt gezeichnet, wird über die Rohrzuleitung 3 und einen Kanal 11 axial die zweite Komponente zudosiert und insbesondere durch den Drall der ersten Komponente mit dieser sehr gut vermischt.

Wie in Fig. 1 gezeigt, wird die Mischung aus dem Ausgang der Mischkammer 4, der direkt in den Einlaßkanal 6 des Flüssigkeitsverteilers übergeht, dem Flüssigkeitsverteiler zugeführt. Der Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilers 1' bildet einen Kegelstumpf, dessen stromaufwärtiges Ende in dem Einlaßkanal 6 endet. Der innere Flüssigkeitsverteilerkörper 7 wird von einem passenden Kegel gebildet, dessen oberes Ende bis in den Einlaßkanal 6 reicht. Der innere Flüssigkeitsverteilerkörper 7 wird von einer Überwurfmutter 14, die auf den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper 1' geschraubt wird, in den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper 1' gepreßt. Dadurch wird die über den Einlaßkanal 6 zugeführte Mischung in gleiche Teilströme aufgeteilt.

In Fig. 2 ist ein weiterer Längsschnitt durch die Vorrichtung gezeigt, der Nuten 8a und 8b enthält, die im Umfang des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers 7 verlaufen. Die Nuten 8a und 8b enden in gleichen Düsen 9a und 9b, die die Mischung zu Tropfen formen. In dieser Ansicht sind die Einlaßkanäle nicht zu sehen, da sie sich in einer anderen Schnittebene befinden.

Fig. 4 zeigt einen Querschnitt durch den inneren Flüssigkeitsverteilerkörper in einer Höhe oberhalb der Düsen. Neben den Nuten 8a und 8b sind in diesem Beispiel noch sechs weitere Nuten 8c bis 8h auf dem Umfang eingebracht. Sie münden in entsprechende, nicht gezeigte Düsen, analog der Anordnung der Düsen 9a und 9b.

5 Die Nuten leiten die Teilströme an die entsprechenden Düsen weiter, wo sie nach gleicher Verweilzeit mit gleichen Strömungsbedingungen zu Tropfen versprüht werden.

In Fig. 5 ist der Querschnitt einer zweiten Ausführungsform gemäß der vorliegenden Erfindung gezeigt, in der der Querschnitt des Hohlraums und damit des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers 12 ein regelmäßiges Achteck bildet. Die Nuten 13a-13h kreuzen die Seitenmitten des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers. Der innere Flüssigkeitsverteilerkörper selbst hat Pyramidenform.

10

Beispiel 1

Zur Herstellung von tropfenförmigen SiO_2 -Hydrogelen wird eine Mischdüse gemäß der ersten Ausführungsform verwendet. Der Durchmesser der Mischkammer beträgt 3 mm, die Länge der Mischkammer inklusive des Flüssigkeitsverteilers 100 mm. Die erste, tangentielle Einlaufbohrung besitzt einen Durchmesser von 1 mm, ebenso wie die zweite, zentrische. Der vertikale Abstand der beiden Einlaufbohrungen beträgt 3 mm. Der Flüssigkeitsverteiler spaltet die Mischung in 10 Teilströme auf. Die Nuten sind gleichmäßig am Umfang verteilt und münden jeweils in Austrittsöffnungen mit einem Durchmesser von 0,6 mm. Der Durchsatz der Mischkammer beträgt 60 l/h. Die aus der Mischkammer austretende Mischung wird in gleiche Teilströme aufgespalten, den Düsen zugeführt und in einen Fallturm in Luft gesprüht. Als zu mischende Komponenten werden im Volumenverhältnis 1:1 einerseits eine 5,51% Salzsäure und andererseits eine 16,03 % Natriumwasserglaslösung mit einem $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ Verhältnis von 1:3,3 eingesetzt. Die Edukte werden bei Raumtemperatur in die Mischkammer gefördert, wobei der Salzsäurestrom durch die obere, tangentielle Bohrung, und der Wasserglasstrom durch die untere, zentrale Bohrung eintritt. Bei den aufgeführten Parametern weist die entwickelte Vorrichtung innerhalb der Mischkammer eine Reynoldszahl von 7000 bis 7500 und in dem Flüssigkeitsverteiler von 3500 bis 4000 auf. Nach dem Verlassen der Vorrichtung benötigt die Mischung noch 4,5 Sekunden bis zum vollständigen Gelieren. Die Vorrichtung kann tagelang ohne Verstopfung oder andere Störungen betrieben werden. Die Korngrößenverteilung wurde durch Naßsiebung bestimmt. Bezogen auf das durchgefallene Gel beträgt der d_{10} -Wert ca. 1000 bis 1100 μm , der d_{50} -Wert 1250 bis 1350 μm und der d_{90} -Wert 1500 bis 1600 μm .

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Herstellung einer sich schnell verfestigenden Mischung aus mehreren Flüssigkeitskomponenten und anschließendem Versprühen der sich verfestigenden Mischung enthaltend eine Mischkammer (4), wobei der Mischkammer (4) die zu mischenden Flüssigkeiten getrennt zuführbar sind und die Mischkammer (4) im wesentlichen keine Rückvermischung in den Bereichen, in denen Reaktionen auftreten können, oder im wesentlichen keine Toträume in der Strömung in diesen Bereichen aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung einen Flüssigkeitsverteiler (1', 7) und N mit dem Flüssigkeitsverteiler (1', 7) verbundene tropfenbildende Düsen (9a, 9b, ...) enthält, und daß der Flüssigkeitsverteiler (1', 7) mit der Mischkammer (4) verbunden ist und den von der Mischkammer (4) kommenden Mischungsstrom auf die Düsen (9a, 9b, ...) im wesentlichen ohne Rückvermischung oder Toträume in der Strömung gleich verteilt, so daß die Verweilzeiten der Teilströme im Flüssigkeitsverteiler (1', 7) im wesentlichen gleich sind.
2. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischkammer (4) durch ein zylindrisches Rohr (1) mit mindestens zwei auf seiner Länge versetzten Einlauföffnungen (10, 11) gebildet wird, das an seinem stromaufwärtigen Ende (5) stirnseitig verschlossen ist.
3. Vorrichtung gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die oberste Einlauföffnung (10) tangential zur Rohrwand verläuft und die darunterliegenden Einlauföffnungen (11) axial zum Rohr.
4. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Flüssigkeitsverteiler (1', 7) einen äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper (1') und einen in den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper gepreßten inneren Flüssigkeitsverteilerkörper (7) und N Düsen (9a, 9b, ...) aufweist, und daß der äußere Flüssigkeitsverteilerkörper einen mit der Mischvorrichtung verbundenen Einlaßkanal (6) und einen von

diesem Einlaßkanal (6) ausgehenden Hohlraum aufweist, und daß der in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers gepreßte innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) innerhalb des Hohlraums die gleiche Form wie der Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers (1') hat, und daß auf dem Umfang des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers (7) oder auf der Fläche des Hohlraums N Nuten (8a-8h) verteilt sind, die sich vom stromaufwärtigen Ende des Hohlraums zu den Düsen (9a,9b,...) am stromabwärtigen Ende der Nuten (8a-8h) erstrecken, und daß sich die Düsen (9a,9b,...) entweder im äußeren oder inneren Flüssigkeitsverteilerkörper befinden.

5. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen (9a,9b,...) gleich sind, und daß die Strömungseigenschaften der Teilströme an den Düsen (9a,9b,...) im wesentlichen gleich sind.
6. Vorrichtung gemäß Anspruch 4 oder 5 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß sich die Nuten (8a-8h) auf der Oberfläche des inneren Flüssigkeitsverteilers (7) befinden.
7. Vorrichtung gemäß Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das zylindrische Rohr (1) und der äußere Flüssigkeitsverteilerkörper (1') aus einem Stück gefertigt sind.
8. Vorrichtung gemäß Anspruch 4 oder 5 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) die Düsen (9a,9b,...) enthält.
9. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 8 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß sich der innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) in stromaufwärtiger Richtung verjüngend in den Einlaßkanal (6) fortsetzt.

10. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 9 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlraum so geformt ist, daß der innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) in den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper (1') hineinpreß- oder -drehbar ist.

5 11. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 10 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlraum eine Rotationssymmetrie um eine zu der Richtung des Einlaßkanals (6) parallele Symmetrieachse aufweist, so daß durch Symmetriedrehungen die Positionen der Düsen (9a,9b,...) ineinander überführbar sind, und sich ausgehend von einer zu der Symmetrieachse
10 senkrechten Fläche an dem stromabwärtigen Ende des Einlaßkanals (6) entlang der Symmetrieachse bis zu dem Ende des Körpers (1') erstreckt, und daß der in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers (1') gepreßte innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) die gleiche Symmetrie wie der Hohlraum des
15 äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers (1') aufweist, und in dem Teil, der in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers (1') gepreßt ist, die Form des Hohlraums hat, und sich weiter in stromaufwärtiger Richtung verjüngend in den Einlaßkanal (6) fortsetzt, und daß die Nuten (8a-8h) entsprechend der Symmetrie verteilt sind.

20 12. Vorrichtung gemäß Anspruch 2 oder 3 in Verbindung mit einem der Ansprüche 4 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischkammer (4) den gleichen Durchmesser wie der Einlaßkanal (6) des Flüssigkeitsverteilers (1',7) aufweist und mit diesem direkt verbunden ist, und daß die Achse der Mischkammer (4) parallel zu der Achse des Einlaßkanals (6) ist.

25 13. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 12 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Querschnittsfläche des Hohlraums auf der ganzen Länge in stromabwärtiger Richtung gleich bleibt oder sich vergrößert.

14. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 13 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) stromaufwärts in einer Spitze ausläuft.
- 5 15. Vorrichtung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen (9a,9b,...) so geformt und ausgerichtet sind, daß die Flugbahn der Tropfen direkt hinter den Düsen (9a,9b,...) nicht auf die Symmetrieachse zuläuft.
- 10 16. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 15 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen (9a,9b,...) dadurch gebildet werden, daß sich Nuten (8a-8h) bis zum stromabwärtigen Ende des Hohlraums erstrecken und die Öffnungen der Nuten (8a-8h) mit einer scharfen Kante enden.
17. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 16 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der Querschnitt des Hohlraums kreisförmig ist.
- 15 18. Vorrichtung gemäß Anspruch 17 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlraum ein Kegelstumpf ist.
19. Vorrichtung gemäß Anspruch 17 oder 18 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Einhüllende des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers (7) ein Kegel ist und die Nuten (8a-8h) auf dem Kegelmantel in axialer Richtung verlaufen.
- 20 20. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 4 bis 16 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der Querschnitt des Hohlraums ein gleichseitiges N-Eck ist, wenn N die Anzahl der Düsen (9a,9b,...) ist, und daß die Nuten (13a-13h) die Seiten des N-Ecks in der Seitenmitte schneiden.

21. Vorrichtung gemäß Anspruch 20 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlraum ein Pyramidenstumpf mit einem gleichseitigen N-Eck als Grundfläche ist.

22. Vorrichtung gemäß Anspruch 20 oder 21 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der innere Flüssigkeitsverteilerkörper (12) bis auf die Nuten eine Pyramide ist.

23. Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 4 bis 22 oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß der innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) durch eine auf den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper (1') aufgeschraubte Überwurfmutter (14) in den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper gepreßt wird.

24. Vorrichtung gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche oder 25 oder 26, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Flüssigkeitsverteiler kaskadenartig hintereinandergeschaltet sind, und daß bei allen Flüssigkeitsverteilern bis auf die Flüssigkeitsverteiler der in stromabwärtiger Richtung letzten Kaskadenstufe die Düsen (9a, 9b,...) durch Kanäle ersetzt sind und mit den Einlaßkanälen der folgenden Flüssigkeitsverteiler verbunden werden.

25. Vorrichtung zum Versprühen eines Eduktstromes, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung einen Flüssigkeitsverteiler (1',7) und N mit dem Flüssigkeitsverteiler (1',7) verbundene tropfenbildende Düsen (9a, 9b,...) enthält und daß der Flüssigkeitsverteiler (1',7) und die N Düsen (9a, 9b,...) so angeordnet und gestaltet sind, daß der Eduktstrom im wesentlichen ohne Rückverwirbelungen oder Toträume in der Strömung gleich auf die N Düsen verteilt wird, so daß die Verweilzeiten der N Teilströme im Flüssigkeitsverteiler (1',7) im wesentlichen gleich sind.

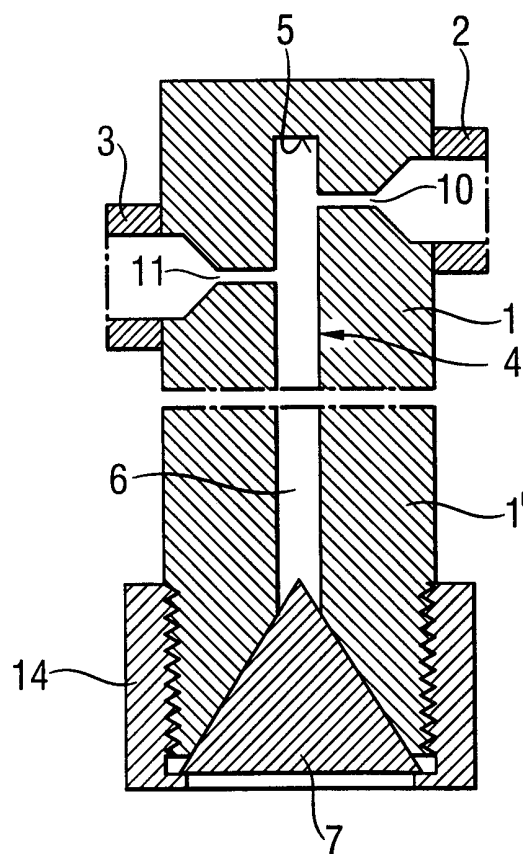
26. Vorrichtung gemäß Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, daß der Flüssigkeitsverteiler (1',7) einen äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper (1') und

einen in den äußeren Flüssigkeitsverteilerkörper (1') eingefügten inneren Flüssigkeitsverteilerkörper (7) aufweist, daß der äußere Flüssigkeitsverteilerkörper (1') einen für die Einspeisung des Produktstromes vorgesehenen Einlaßkanal (6) und einen von diesem Einlaßkanal (6) ausgehenden Hohlraum aufweist, daß der innere Flüssigkeitsverteilerkörper (7) in den Hohlraum des äußeren Flüssigkeitsverteilerkörpers eingefügt ist und innerhalb des Hohlraumes die gleiche Form wie der Hohlraum hat, daß auf dem Umfang des inneren Flüssigkeitsverteilerkörpers (7) oder auf der Fläche des Hohlraumes, die mit dem inneren Flüssigkeitsverteilerkörper (7) in Kontakt ist, Nuten (8a, 8b, ...) verteilt sind, die sich vom Einlaßkanal (6) am stromaufwärtigen Ende des Hohlraumes zu den am stromabwärtigen Ende des Hohlraumes angeordneten Düsen (9a, 9b,...) erstrecken, und daß sich die Düsen (9a, 9b, ...) im äußeren und/oder inneren Flüssigkeitsverteilerkörper (1',7) befinden.

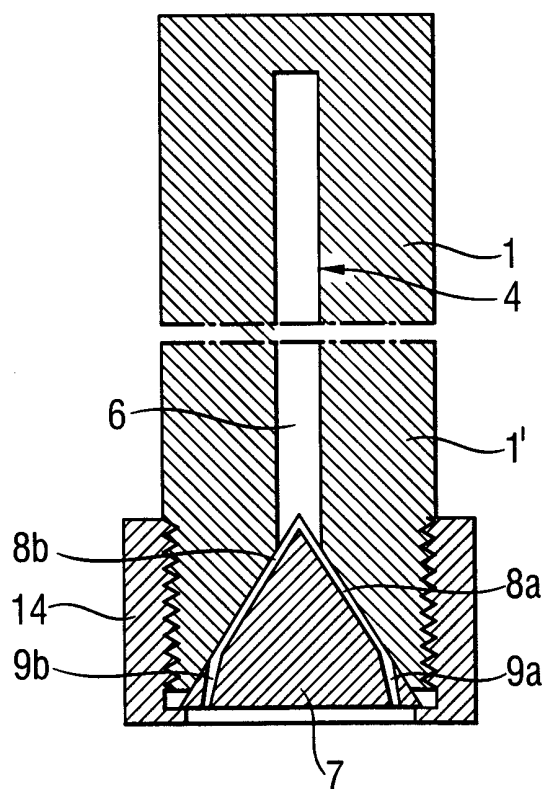
27. Verwendung der Vorrichtung gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 26 zur Herstellung von Hydrogelen.

28. Verwendung gemäß Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß das Hydrogel ein SiO₂-Hydrogel ist.

1 / 5

***Fig. 1***

2 / 5

***Fig. 2***

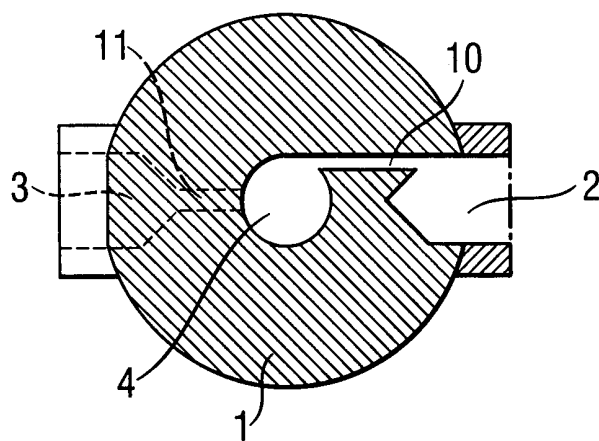
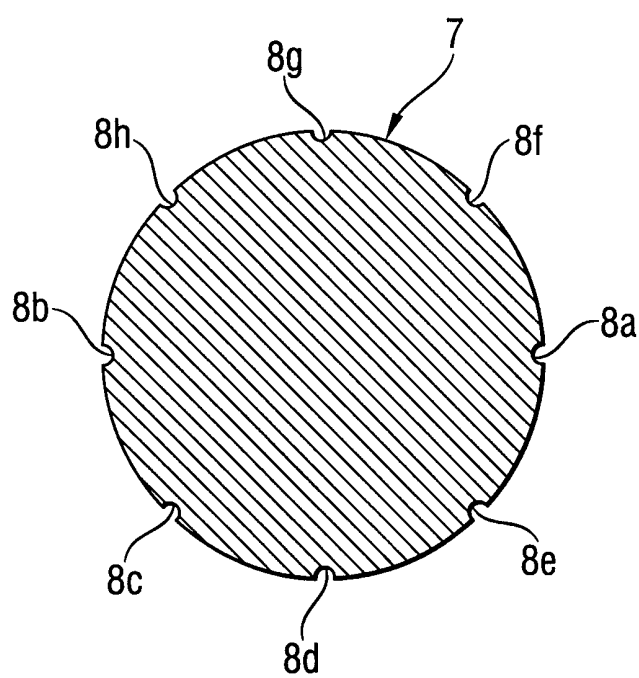


Fig. 3

***Fig. 4***

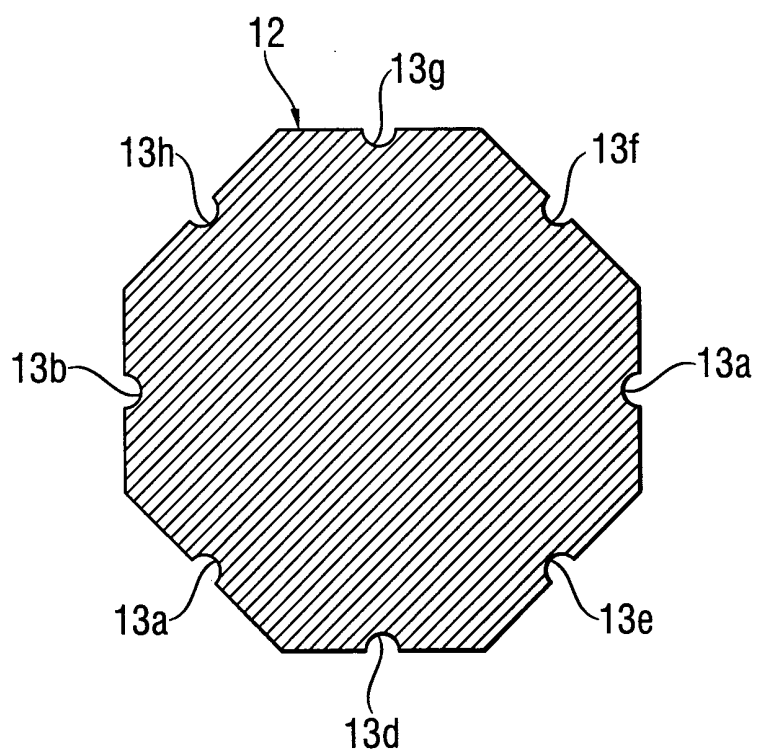


Fig. 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. lional Application No
PCT/EP 98/07438

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 B01F5/04 B05B1/14 C01B33/154

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 B01F B05B C01B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 518 183 A (WALDRUM JOHN E) 21 May 1996	1,4-11, 13, 15-18, 25,26 27,28
Y	see the whole document ---	
X	US 3 767 125 A (GEHRES E ET AL) 23 October 1973	15,25,26
A	see the whole document ---	4-11,13, 14,16-20
X	DE 29 25 435 A (GROTHOFF HANS ING GRAD) 22 January 1981	15,25,26
A	see the whole document ---	4-11,13, 14,16-20
X	US 4 828 182 A (HARUCH JAMES) 9 May 1989 see figures 7A,7B,8A,8B ---	15,25,26
	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

17 March 1999

Date of mailing of the international search report

24/03/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hoffmann, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 98/07438

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 640 472 A (HRUBY JOHN O JR ET AL) 8 February 1972	15,25,26
A	see page X	1-8,10, 12,13
X	EP 0 581 720 A (PLASTRO GVAT) 2 February 1994 see figures 5,6	25,26
Y	DE 21 03 243 A (BASF AG) 3 August 1972	27,28
A	see the whole document	2,3
A	US 5 232 883 A (GROSJEAN ABEL ET AL) 3 August 1993 see abstract	27,28
A	US 2 384 946 A (M.M.MARISIC) 18 September 1945	27,28
A	US 3 680 792 A (SCHOTT LAWRENCE A) 1 August 1972	19

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/07438

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5518183 A	21-05-1996	CA 2161567 A	29-04-1996
US 3767125 A	23-10-1973	NONE	
DE 2925435 A	22-01-1981	NONE	
US 4828182 A	09-05-1989	AU 619713 B AU 2992889 A CA 1310036 A DK 69789 A JP 1297163 A JP 2787697 B AU 580046 B AU 4133785 A BR 8501871 A CA 1262751 A DE 3514287 A EP 0329449 A FR 2563124 A GB 2157591 A,B JP 1828193 C JP 60232265 A US 4815665 A	30-01-1992 17-08-1989 10-11-1992 17-08-1989 30-11-1989 20-08-1998 22-12-1988 24-10-1985 17-12-1985 07-11-1989 31-10-1985 23-08-1989 25-10-1985 30-10-1985 28-02-1994 18-11-1985 28-03-1989
US 3640472 A	08-02-1972	NONE	
EP 0581720 A	02-02-1994	IL 102693 A AU 4437593 A MX 9304617 A US 5381959 A ZA 9305398 A	10-06-1997 03-02-1994 31-05-1994 17-01-1995 16-02-1994
DE 2103243 A	03-08-1972	FR 2123399 A GB 1368711 A NL 7200906 A,B, US 3872217 A	08-09-1972 02-10-1974 27-07-1972 18-03-1975
US 5232883 A	03-08-1993	BE 1004675 A AT 140638 T DE 69212351 D DE 69212351 T EP 0503713 A EP 0680780 A JP 5309254 A US 5296564 A	12-01-1993 15-08-1996 29-08-1996 27-02-1997 16-09-1992 08-11-1995 22-11-1993 22-03-1994
US 2384946 A	18-09-1945	NONE	
US 3680792 A	01-08-1972	NONE	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationale Aktenzeichen

PCT/EP 98/07438

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 6 B01F5/04 B05B1/14 C01B33/154

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 B01F B05B C01B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie ^o	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 5 518 183 A (WALDRUM JOHN E) 21. Mai 1996	1,4-11, 13, 15-18, 25,26
Y	siehe das ganze Dokument ---	27,28
X	US 3 767 125 A (GEHRES E ET AL) 23. Oktober 1973	15,25,26
A	siehe das ganze Dokument ---	4-11,13, 14,16-20
X	DE 29 25 435 A (GROTHOFF HANS ING GRAD) 22. Januar 1981	15,25,26
A	siehe das ganze Dokument ---	4-11,13, 14,16-20
X	US 4 828 182 A (HARUCH JAMES) 9. Mai 1989 siehe Abbildungen 7A,7B,8A,8B ---	15,25,26
	-/--	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

^o Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

17. März 1999

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

24/03/1999

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Hoffmann, A

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 98/07438

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 3 640 472 A (HRUBY JOHN O JR ET AL) 8. Februar 1972	15,25,26
A	siehe Seite X	1-8,10, 12,13
X	EP 0 581 720 A (PLASTRO GVAT) 2. Februar 1994 siehe Abbildungen 5,6	25,26
Y	DE 21 03 243 A (BASF AG) 3. August 1972	27,28
A	siehe das ganze Dokument	2,3
A	US 5 232 883 A (GROSJEAN ABEL ET AL) 3. August 1993 siehe Zusammenfassung	27,28
A	US 2 384 946 A (M.M.MARISIC) 18. September 1945	27,28
A	US 3 680 792 A (SCHOTT LAWRENCE A) 1. August 1972	19

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 98/07438

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 5518183	A	21-05-1996	CA	2161567 A	29-04-1996
US 3767125	A	23-10-1973	KEINE		
DE 2925435	A	22-01-1981	KEINE		
US 4828182	A	09-05-1989	AU	619713 B	30-01-1992
			AU	2992889 A	17-08-1989
			CA	1310036 A	10-11-1992
			DK	69789 A	17-08-1989
			JP	1297163 A	30-11-1989
			JP	2787697 B	20-08-1998
			AU	580046 B	22-12-1988
			AU	4133785 A	24-10-1985
			BR	8501871 A	17-12-1985
			CA	1262751 A	07-11-1989
			DE	3514287 A	31-10-1985
			EP	0329449 A	23-08-1989
			FR	2563124 A	25-10-1985
			GB	2157591 A,B	30-10-1985
			JP	1828193 C	28-02-1994
			JP	60232265 A	18-11-1985
			US	4815665 A	28-03-1989
US 3640472	A	08-02-1972	KEINE		
EP 0581720	A	02-02-1994	IL	102693 A	10-06-1997
			AU	4437593 A	03-02-1994
			MX	9304617 A	31-05-1994
			US	5381959 A	17-01-1995
			ZA	9305398 A	16-02-1994
DE 2103243	A	03-08-1972	FR	2123399 A	08-09-1972
			GB	1368711 A	02-10-1974
			NL	7200906 A,B,	27-07-1972
			US	3872217 A	18-03-1975
US 5232883	A	03-08-1993	BE	1004675 A	12-01-1993
			AT	140638 T	15-08-1996
			DE	69212351 D	29-08-1996
			DE	69212351 T	27-02-1997
			EP	0503713 A	16-09-1992
			EP	0680780 A	08-11-1995
			JP	5309254 A	22-11-1993
			US	5296564 A	22-03-1994
US 2384946	A	18-09-1945	KEINE		
US 3680792	A	01-08-1972	KEINE		