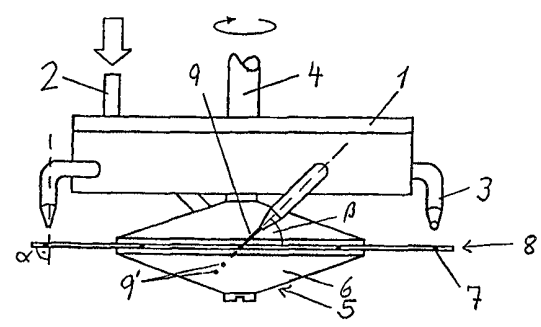




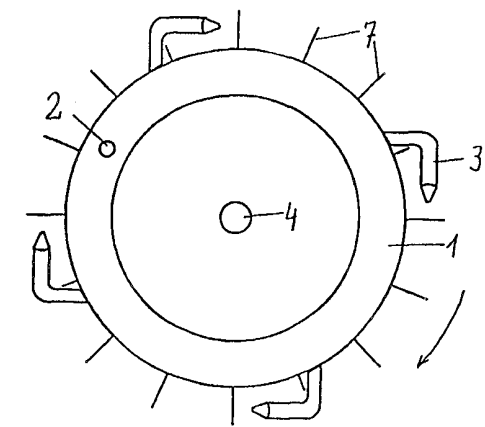
<p>(51) Internationale Patentklassifikation ⁷ : B01J 2/06, 13/04</p>	<p>A1</p>	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/48722 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 24. August 2000 (24.08.00)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE00/00097 (22) Internationales Anmeldedatum: 13. Januar 2000 (13.01.00) (30) Prioritätsdaten: 199 06 509.8 17. Februar 1999 (17.02.99) DE (71)(72) Anmelder und Erfinder: VORLOP, Klaus-Dieter [DE/DE]; Hochstrasse 7, D-38102 Braunschweig (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): PRÜSSE, Ulf [DE/DE]; Madamenweg 19, D-38118 Braunschweig (DE). BRE-FORD, Jürgen [DE/DE]; Koblenzer Strasse 12, D-38116 Braunschweig (DE). (74) Anwälte: LINS, Edgar usw.; Theodor-Heuss-Strasse 1, D-38122 Braunschweig (DE).</p>		<p>(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE (Gebrauchsmuster), DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.</p>

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING SOLID PARTICLES FROM A LIQUID MEDIUM
(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG VON FESTEN TEILCHEN AUS EINEM FLÜSSIGEN MEDIUM

(57) Abstract
According to the invention, it is possible to produce solid particles from a liquid medium in a rational manner, whereby said liquid medium is formed as a coherent liquid jet and divided into defined sections (9') with the aid of a separating device that is continuously moved in one direction on a separating plane (8). This is achieved with minimal separation and spraying losses by dividing the liquid jet (9) in such a way that several liquid jets (9) are provided and a common separating device (5) is arranged thereunder, whereby the liquid jets (9) are inclined in relation to the direction of movement of the separating device (5) in such a way that each liquid jet (9) forms an acute angle (β) with the direction of movement of said separating device (5).



(57) Zusammenfassung
Eine rationelle Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium, bei der das flüssige Medium als zusammenhängender Flüssigkeitsstrahl geformt wird und mit einer in einer Schneidebene (8) kontinuierlich in einer Richtung bewegten Teileinrichtung in definierte Abschnitte (9') zerteilt wird, gelingt erfindungsgemäß unter Minimierung von Schneid- oder Spritzverlusten durch die Zerteilung des Flüssigkeitsstrahls (9) dadurch, dass mehrere Flüssigkeitsstrahlen (9) vorgesehen werden, unterhalb denen eine gemeinsame Teileinrichtung (5) angeordnet ist, wobei die Flüssigkeitsstrahlen (9) in bezug auf die Bewegungsrichtung der Teileinrichtung (5) so geneigt angeordnet werden, dass jeder der Flüssigkeitsstrahle (9) mit der Bewegungsrichtung der Teileinrichtung (5) einen spitzen Winkel β bildet.



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						

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium, bei dem das flüssige Medium zu einem Flüssigkeitsstrahl geformt und in definierte Abschnitte so zerteilt wird, dass sich die Abschnitte in die Richtung des Flüssigkeitsstrahls weiterbewegen und in eine die Aushärtung bewirkenden Umgebung gelangen und so die festen Teilchen bilden.

Die Erfindung betrifft ferner eine Vorrichtung zur Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium, mit einer Düse, aus der das flüssige Medium als zusammenhängender Flüssigkeitsstrahl austritt, mit einer in einer Schneidebene kontinuierlich in einer Richtung bewegten Teileinrichtung zur Herstellung definierter Abschnitte des Flüssigkeitsstrahls und mit einem in Richtung des Flüssigkeitsstrahls angeordneten Auffangbehälter, der einer Härtungseinrichtung für die Abschnitte des Flüssigkeitsstrahls zugeordnet ist.

Die Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium wird in zahlreichen Anwendungsfällen angestrebt. Ein bedeutsames Anwendungsgebiet besteht in der Verkapselung von chemisch oder biologisch aktiven Materialien in meist kugelförmigen Teilchen, in denen die chemische oder biologische Aktivität des Materials erhalten bleibt, das Material jedoch aufgrund der Einkapselung kontrolliert einsetzbar und rückholbar, beispielsweise aus einer Flüssigkeit, gehandhabt werden kann. Als flüssiges Medium, das mit einem Härtungsmedium zur Ausbildung von kugelförmigen Teilchen geeignet ist, kommen ionisch vernetzende Gele, thermisch vernetzende Gele, Polymere enthaltende Flüssigkeiten und

ähnliche Systeme in Frage. Ionisch vernetzende Gele sind beispielsweise Natriumalginat, das in einem Kalziumionen aufweisenden Bad sofort aushärtet, das mit Kalium oder Kalziumionen aushärtende Carrageenan usw. Ein thermisch vernetzendes Gel ist beispielsweise Agar Agar, das bei stärkerer Temperaturabsenkung aushärtet, sodass die die Aushärtung bewirkende Umgebung in flüssiger oder in Gasform lediglich eine geringere Temperatur aufweisen muß. Bei anderen Systemen findet eine Vernetzung bei höheren Temperaturen statt, sodass lediglich Tropfen beispielsweise in einem Fallturm zur Aushärtung auf eine höhere Temperatur gebracht werden müssen. Bekannt ist ferner die Verwendung von Monomerflüssigkeiten, die zusammen mit einem Monomer in einer Härtingsflüssigkeit polymerisieren oder durch das Härtingsmedium zu einer Homopolymerisation angeregt werden. Bekannt ist ferner eine Aushärtung durch UV-Strahlen.

Die Herstellung der Portionen des flüssigen Mediums in einfacher Weise durch kontrolliertes Austropfen aus einer Düse erlaubt wegen der geringen Durchsatzmengen keine kommerzielle Anwendung in der Produktion. Darüber hinaus kann eine relativ große minimale Tropfengröße nicht unterschritten werden.

Aus der DE 38 36 894 A1 ist es bekannt, eine größere Anzahl von Düsen an einem gemeinsamen Düsenträger anzubringen, der durch einen Vibrator in Schwingungen versetzt wird, sodass eine frühere Tropfenablösung von der Düse bewirkt wird. Auf diese Weise ist die Herstellung kleinerer Tropfen möglich. Bei den Vibrationsverfahren ist die minimal erzielbare Tropfengröße - und damit Perlengröße - abhängig von der Viskosität und der Oberflächenspannung des flüssigen Mediums. Eine etwaige wünschenswerte Verkleinerung der im wesentlichen kugelförmigen Teilchen ist damit jedenfalls für höherviskose Medien nicht erreichbar. Ferner ist der Durchsatz des flüssigen Mediums durch die Düsen begrenzt, wenn nicht ein erheblicher Aufwand mit einer Vielzahl von Düsenöffnun-

gen in Kauf genommen wird.

5 Eine dramatische Verbesserung für die Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium ergibt sich durch die eingangs erwähnte Vorrichtung, die aus der DE 44 24 981 C2 bekannt ist. Bei dieser Vorrichtung wird ein voller Flüssigkeitsstrahl ausgebildet, der anschließend durch eine schnell bewegte, vorzugsweise rotierende Teilvorrichtung in regelmäßige Abschnitte unterteilt wird. Befindet sich die 10 Härtingseinrichtung mit einem gewissen Abstand von der Teileinrichtung, bilden die Abschnitte aufgrund der Oberflächenspannung des flüssigen Mediums im wesentlichen kugelförmige Tröpfchen aus, so daß nach der Aushärtung kugelförmige Perlen entstehen. Da nicht mehr auf eine natürliche Tropfenbildung zurückgegriffen wird, sondern die Tropfenbildung durch die Teileinrichtung aufgezwungen wird, ist 15 ein hoher Materialdurchsatz und darüber hinaus die Einstellung jeder beliebigen Tropfengröße möglich.

20 Eine weitere Optimierung der Produktivität einer derartigen Vorrichtung könnte darin bestehen, die Flüssigkeit aus mehreren Düsen in mehreren Flüssigkeitsstrahlen auslaufen zu lassen und durch die allen Düsen gemeinsame Teileinrichtung zu teilen und in einer gemeinsamen Härtingseinrichtung auszu- 25 härten und gemeinsam aufzufangen.

Durch die Verwendung einer schnell bewegten Teileinrichtung wird aus dem Flüssigkeitsstrahl ein im wesentlichen der Dicke der Teileinrichtung, beispielsweise eines rotierenden Drahtes, entsprechender Zwischenabschnitt herausgeschlagen. 30 Das herausgeschlagene Material bildet somit einen Schneid- oder Spritzverlust, der für eine verbesserte Produktivität der Vorrichtung minimiert werden sollte. Untersuchungen haben ergeben, daß der Schneid- oder Spritzverlust bei einer lotrecht stehenden Düse und einer eine waagerechte 35 Schneidebene aufweisenden Teileinrichtung relativ hoch ist. Da sich die Flüssigkeit in dem Flüssigkeitsstrahl während

des Schneidvorgangs, also dem Durchwandern des Flüssigkeitsstrahlquerschnitts, merklich fortbewegt, entspricht der aus dem Flüssigkeitsstrahl herausgeschlagene Zwischenabschnitt nicht einem rechtwinklig zylindrischen Strahlabschnitt, sondern einem zylindrischen Strahlabschnitt mit schrägen Stirnflächen, wodurch das Volumen des herausgeschlagenen Zwischenabschnitts deutlich vergrößert wird. Es ist daher vorgeschlagen worden, die Schneidebene der Teileinrichtung entsprechend der Fließgeschwindigkeit des Flüssigkeitsstrahls schräg zu stellen, um so zu einem resultierenden rechtwinkligen Schnitt durch den Flüssigkeitsstrahl zu gelangen. Eine derartige Anordnung ist aber nicht ohne weiteres bei einer Vielzahl von vertikal stehenden Düsen realisierbar, die beispielsweise auf einem gemeinsamen Radius angeordnet sind, da der jeweils benötigte Winkel nur auf einer Stelle des in einer schrägen Ebene umlaufenden Schneidelements der Teileinrichtung eingestellt werden kann.

Der Erfindung liegt die Problemstellung zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs erwähnten Art hinsichtlich des erzielbaren Flüssigkeitsdurchsatzes und der damit produzierbaren festen Teilchen sowie bezüglich der Reduzierung der Schneid- oder Spritzverluste zu verbessern.

Ausgehend von dieser Problemstellung ist für ein Verfahren der eingangs erwähnten Art dadurch gekennzeichnet, dass mehrere Flüssigkeitsstrahlen gebildet werden, die in gleicher Bewegungsrichtung zerteilt werden und dass jeder der Flüssigkeitsstrahlen mit der Bewegungsrichtung einen spitzen Winkel bildet.

Entsprechend ist eine Vorrichtung der eingangs erwähnten Art erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, dass eine Mehrzahl von Düsen vorgesehen ist unterhalb derer eine gemeinsame Teileinrichtung angeordnet ist und daß die Düsen in bezug auf die Bewegungsrichtung so geneigt angeordnet sind,

dass jeder der aus den Düsen austretenden Flüssigkeitsstrahlen mit der Bewegungsrichtung der Teileinrichtung einen spitzen Winkel bildet.

- 5 In Abkehr von den bekannten gattungsgemäßen Systemen, bei denen die Düsen immer in der Lotrechten ausgerichtet waren, sodass sich ein gerade fallender Flüssigkeitsstrahl ausgebildet hat, sind die erfindungsgemäßen Düsen zur Lotrechten geneigt angeordnet. Dadurch ist es möglich, dass der resul-
- 10 tierende Schneideweg der Teileinrichtung durch die Flüssigkeitsstrahlen senkrecht zur Längsrichtung des Flüssigkeitsstrahls in der Schneidebene verläuft, wobei alle Düsen einen gleichen Abstand von der Schneidebene aufweisen können.
- 15 Da der optimale Winkel zwischen Flüssigkeitsstrahl und Bewegungsrichtung jedenfalls von der Strömungsgeschwindigkeit des Flüssigkeitsstrahls abhängt, ist es zweckmäßig, wenn die Neigung der Düsen einstellbar ist.
- 20 Um einen minimalen Zwischenabschnitt zur Trennung der definierten Abschnitte des Flüssigkeitsstrahls zu entfernen, können die Düsen in der senkrecht zur Bewegungsrichtung der Teileinrichtung verlaufenden Richtung senkrecht zur Schneidebene ausgerichtet sein.
- 25 Besonders bevorzugt ist es, wenn die Teileinrichtung rotierend bewegbar ist und die Düsen auf einem gleichen Radius bezüglich der Rotationsachse angeordnet sind. Die Bewegungsrichtung, in der sich die Teileinrichtung kontinuierlich bewegt, ist somit eine Kreisbahn und für jeden Schnitt
- 30 durch einen Flüssigkeitsstrahl durch die betreffende Tangente an der Kreisbahn definiert. Alternativ hierzu können auch Schneidelemente der Teileinrichtung im wesentlichen translatorisch bewegt werden, beispielsweise als eingespannte Drähte eines umlaufenden Förderers, wobei nur dessen Obertrum oder Untertrum für den Schneidvorgang ausge-
- 35 nutzt wird.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung kann zweckmäßigerweise in einem dichten Gehäuse untergebracht sein, sodass die Gesamtanordnung auch sterilisierbar und steril abgedichtet ausgebildet sein kann, um etwaigen Anforderungen an eine besonders reine und ggfs. sterile Fertigung gerecht zu werden. Es ist daher ohne weiteres möglich, die cGMP-FDA-Anforderungen zu erfüllen.

Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann es zweckmäßig sein, einen Teil der Düsen, also wenigstens eine Düse, als Reinigungsdüse auszubilden, die mit einer Reinigungsflüssigkeit gespeist wird. Die Reinigungsflüssigkeit verhindert Verkrustungen an den Schneidwerkzeugen und kann so beschaffen sein, daß der Aushärtungsvorgang auch bei Anwendung einer aushärtenden Flüssigkeit nicht gestört wird.

20

25

30

35

Die Erfindung soll im folgenden anhand von in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert werden. Es zeigen:

- 5 Figur 1 - eine schematische Seitenansicht eines Teils
 der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit Düsen
 und Teileinrichtung;
- 10 Figur 2 - eine schematische Draufsicht auf die Anord-
 nung gemäß Figur 1;
- 15 Figur 3 - eine schematische Darstellung einer erfin-
 dungsgemäßen Gesamtvorrichtung, die in einem
 Gehäuse zur Ermöglichung einer sterilen Fer-
 tigung untergebracht ist;
- 20 Figur 4 - eine schematische Darstellung gemäß Figur 3
 mit einer modifizierten Auffang- und Här-
 tungseinrichtung.

Die Figuren 1 und 2 lassen schematisch einen Vorratsbehäl-
ter 1 für ein flüssiges Medium erkennen, der über einen
Zuführungsanschluß 2 mit dem flüssigen Medium befüllbar
25 ist. Der Vorratsbehälter 1 ist als im Querschnitt kreisfö-
rmer Zylinder ausgebildet. An seinen zylindrischen Mantel-
flächen sind vier Düsen 3 angesetzt, die einen abgewinkel-
ten Düsenkörper aufweisen und sich zunächst in radialer
Richtung des Zylinders des Vorratsbehälters 1 erstrecken
30 und dann nach schräg unten abgewinkelt sind. Die Düsen 3
sind spezielle Vollstrahldüsen, die die Ausbildung eines
vollen Flüssigkeitsstrahls über eine gewisse Mindestlänge
gewährleisten.

35 Der Vorratsbehälter 1 weist eine zentrische Durchführungs-
 öffnung für eine Antriebswelle 4 auf, die einen Teilein-
 richtung 5 rotierend antreibt, und zwar von der Antriebs-

welle 4 aus gesehen im Uhrzeigersinn. Die Teileinrichtung 5 besteht aus einem rotierenden Mittelkörper 6, in dem dünne Drähte 7 eingespannt sind, die sich bei einer schnellen Rotation des Mittelkörpers 6 aufgrund der Zentrifugalkraft in einer horizontalen Schneidebene 8 nach radial außen aufrichten und so Schneidelemente in der horizontalen Schneidebene 8 bilden oder aufgrund der Eigenstabilität oder einer zusätzlichen Einspannung in radialer Richtung stehen.

Die Düsen 3 sind senkrecht zur Bewegungsrichtung (Tangentenrichtung), also in Durchmesserrichtung des Bewegungskreises der Drähte 7 senkrecht ausgerichtet wie dies in Figur 1 durch den eingezeichneten rechten Winkel α verdeutlicht ist. Mit der Bewegungsrichtung, also der Tangente der Kreisbewegung bilden die Düsen jeweils einen spitzen Winkel β , der im dargestellten Ausführungsbeispiel bei etwa 45° liegt. Die Größe des Winkels β , die benötigt wird, um einen minimalen Schneidweg der Drähte 7 durch den aus den Düsen 3 austretenden Flüssigkeitsstrahl 9 - und damit ein minimales Zwischenabschnittsvolumen durch den Schneidvorgang zu realisieren, hängt von der Strömungsgeschwindigkeit in dem Flüssigkeitsstrahl 9 ab, sodass es zweckmäßig ist, den Winkel β der Düsen 3 einstellbar zu machen, um die Vorrichtung an verschiedene flüssige Medien anpassen zu können.

Figur 2 läßt noch erkennen, dass die Düsen 3 in der Draufsicht tangential zu dem Bewegungskreis der Drähte 7 gerichtet sind, was zur Minimierung des Schneidvolumens in dem Flüssigkeitsstrahl 9 zweckmäßig ist.

Figur 3 zeigt, daß der Vorratsbehälter 1 mit den Düsen und die Teileinrichtung 5 in einem gemeinsamen Gehäuse 10 untergebracht sind, das zugleich als Auffangeinrichtung für die durch die Teileinrichtung 5 geteilten Flüssigkeitsstrahlen 9' dient und hierfür mit einer Reaktionsflüssigkeit 11 gefüllt ist, die eine Aushärtung der aufgrund der Oberflächenspannung zu einer Tropfenform umgeformten Ab-

schnitte der Flüssigkeitsstrahlen 9' führt. Am Boden des Behälters 10 befindet sich eine Röhreinrichtung 12. Außerhalb des Gehäuses 10 sind ein Antriebsmotor 13 für die Teileinrichtung 5 und ein Antriebsmotor 14 angeordnet. Der Antriebsmotor 14 ist über eine Antriebswelle 15 mit der Röhreinrichtung 12 verbunden. Die Antriebswellen 4 und 15 sind abgedichtet durch die entsprechende Wandung des Gehäuses 10 hindurchgeführt.

Am Boden des Behälters 10 befindet sich ein Ablassventil 16 über das die Reaktionsflüssigkeit 11 und die ausgehärteten Teilchen entnommen werden können.

Radial von der Teileinrichtung 5 ist ein Gehäuseansatz 17 vorgesehen, in den die aus den Flüssigkeitsstrahlen 9 durch die Teileinrichtung 5 herausgeschlagenen Zwischenabschnitte geschleudert werden. Das Material der Zwischenabschnitte 5 sammelt sich in einer unteren Ablassleitung 18 und wird durch eine Pumpe 19 in den Vorratsbehälter 1 zurückgeführt.

Bei dem in Figur 4 dargestellten Ausführungsbeispiel ist der Behälter 10' mit einem schräg gerichteten Boden 20 versehen, der über eine Umwälzpumpe 21 mit einer Flüssigkeitsschicht der Reaktionsflüssigkeit 11 versehen wird, sodass die Aushärtung der Teilchen bereits auf dem schrägen Boden 20 erfolgt. Am Ende des schrägen Bodens 20 besteht eine Fallstrecke in die Reaktionsflüssigkeit 11, sodass die gebildeten ausgehärteten Teilchen in der Reaktionslösung 11 nachhärten können. Ein Siebfilter 22 in einer Ansaugleitung der Umwälzpumpe 21 verhindert ein Ansaugen von ausgehärteten Teilchen zur Umwälzpumpe 21. Der schräge Boden 20 bewirkt, dass die Abschnitte 9' nach Ausbildung eines Tropfens in der Reaktionsflüssigkeit 11 auf dem schrägen Boden 20 aushärten und sofort über die Fallstrecke abtransportiert werden. Dadurch wird verhindert, dass nachfolgende Abschnitte 9' auf in der Reaktionslösung 11 schwimmende, bereits teilweise ausgehärtete Teilchen treffen und so eine

Mehrzahl von zusammenklebenden Teilchen bilden.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ermöglicht den Einsatz einer Vielzahl von Düsen 3, wobei die Vielzahl deutlich größer als die dargestellten vier Düsen 3 sein kann. Auf diese Weise läßt sich die Herstellung ausgehärteter Teilchen hocheffizient ausführen, wobei nur eine einzige Teileinrichtung 5 und eine einzige Auffangeinrichtung (Behälter 10, 10') und Härtungseinrichtung (Reaktionslösung 11) benötigt wird. Durch die schräg gestellten Düsen 3 wird die Wirkungsgradverminderung durch Schneid- oder Spritzverluste minimierbar. Die Verminderung der Schneid- oder Spritzverluste durch die erfindungsgemäßen schräg gestellten Düsen 3 ist anhand eines Versuchsbeispiels belegt worden.

Eine Lösung aus 12 g Polyvinylalkohol (PVAL 10-98), 10 g Glycerin und 90 g Wasser ist als Versuchslösung benutzt worden. Die verwendete Apparatur sah einen Durchmesser der Öffnung der Düsen 3 von 0,3 mm und einen Durchmesser der Drähte 7 der Teileinrichtung 5 von 400 µm vor. Die Anzahl der Drähte betrug 48. Der Mittelkörper 6 rotierte mit einer Umdrehungszahl von 6000 UpM und der Abstand des Flüssigkeitsstrahls 9 von der Antriebswelle 4 betrug 32 mm. Das Geschwindigkeitsverhältnis der Rotationsgeschwindigkeit der Drähte und der Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit betrug 1.

Bei einer herkömmlich lotrecht gestellten Düse und einer waagerechten Schneidebene 8 betragen die Schneid- oder Spritzverluste 27 %. Demgegenüber beliefen sich die Verluste bei um 45° geneigten Düsen 3 entsprechend der vorliegenden Erfindung nur noch 12 %. Der Durchmesser der gebildeten Perlen betrug 0,5 mm.

Die mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung bevorzugt herstellbaren Teilchendurchmesser liegen zwischen 0,5 und 1,5 mm. Für diese Teilchendurchmesser läßt sich ein besonders

wirtschaftlicher Durchsatz der Flüssigkeitsstrahlen 9 erreichen.

5 In den dargestellten Ausführungsbeispielen ist die Teileinrichtung 5 aus einem rotierenden Mittelkörper 6 und von diesem Mittelkörper 6 ausgehenden dünnen Drähten 7 gebildet. Die dünnen Drähte 7 können dabei an ihren in der Zeichnung frei dargestellten Enden nochmals mit einem Außenring miteinander verbunden sein, der die Anordnung der
10 Drähte 7 stabilisiert.

Die Anordnung der Düsen 3, die in den dargestellten Ausführungsbeispielen vertikal ausgerichtet sind, kann auch mit einer horizontalen Ausrichtung erfolgen, sodass die Flüssigkeitsstrahlen 9 beispielsweise horizontal die Düsen 3
15 verlassen. In diesem Fall kann die Teileinrichtung 5 auch durch vertikal stehende Drähte gebildet sein, die zwischen einem oberen und einen unteren Ring eingespannt sind, wobei die Schneidebene der Drähte durch eine zylindrische Mantelfläche gebildet ist und die Flüssigkeitsstrahlen 9 zu der
20 Tangente der Mantelfläche im Schnittpunkt den spitzen Winkel β ausbilden.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung eignet sich auch für die
25 Bearbeitung von Schmelzen als flüssiges Medium, die durch Abkühlen aushärten.

30

35

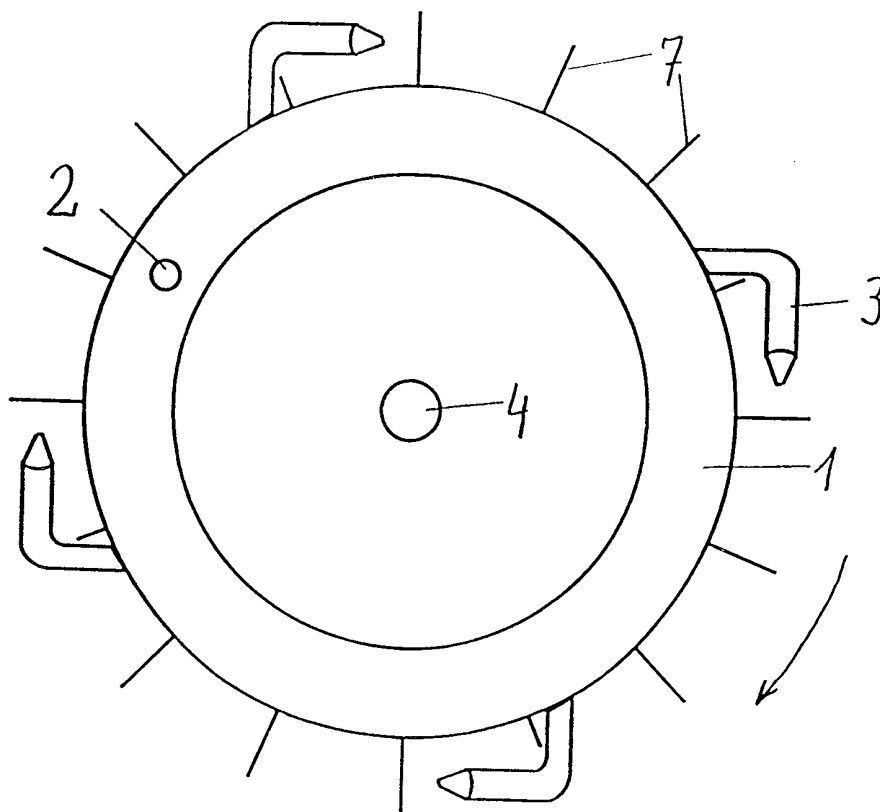
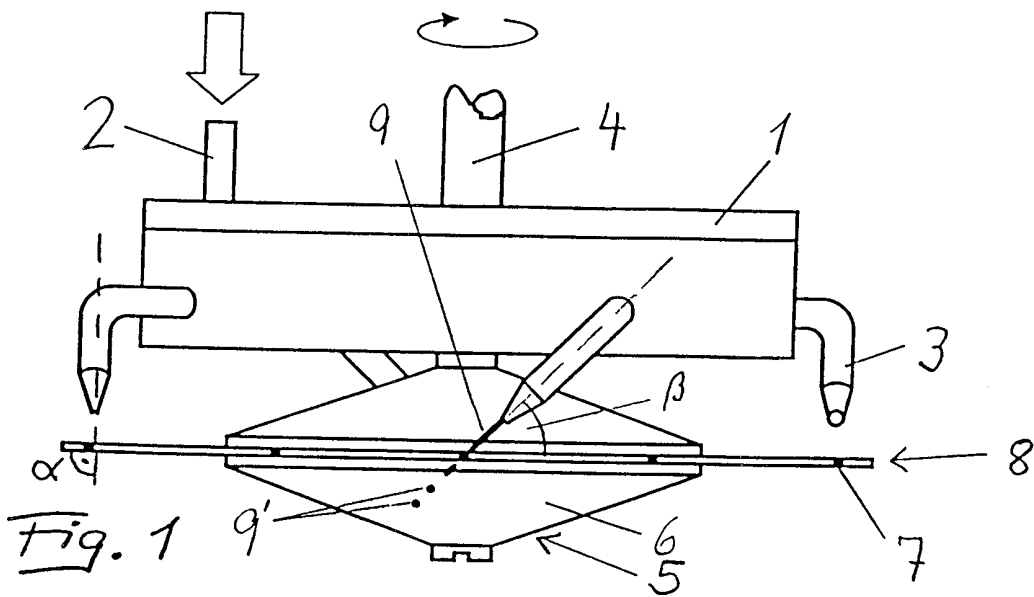
Ansprüche

5

1. Verfahren zur Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium, bei dem das flüssige Medium zu einem Flüssigkeitsstrahl (9) geformt und in definierte Abschnitte (9') so zerteilt wird, dass sich die Abschnitte (9') in die Richtung des Flüssigkeitsstrahls (9) weiterbewegen und in eine die Aushärtung bewirkenden Umgebung gelangen und so die festen Teilchen bilden, dadurch gekennzeichnet, dass mehrere Flüssigkeitsstrahlen (9) gebildet werden, die in gleicher Bewegungsrichtung zerteilt werden und dass jeder der Flüssigkeitsstrahlen (9) mit der Bewegungsrichtung einen spitzen Winkel (β) bildet.
10
15
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Neigungswinkel (β) der Flüssigkeitsstrahlen (9) in bezug auf deren eingestellte Durchflußgeschwindigkeit so eingestellt wird, dass der resultierende Schneidweg durch die Flüssigkeitsstrahl (9) senkrecht zur Längsrichtung des Flüssigkeitsstrahls (9) verläuft.
20
25
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeitsstrahlen in der senkrecht zur Bewegungsrichtung der Teileinrichtung (5) verlaufenden Richtung senkrecht zur Schneidebene (8) ausgerichtet sind, in der die Bewegungsrichtungen verlaufen.
30
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Bewegungsrichtungen für die Teileinrichtung (5) auf einer Kreisbahn liegen.
35

5. Vorrichtung zur Herstellung von festen Teilchen aus einem flüssigen Medium, mit einer Düse (3) aus der das flüssige Medium als zusammenhängender Flüssigkeitsstrahl (9) austritt, mit einer in einer Schneidebene (8) kontinuierlich in einer Richtung bewegten Teileinrichtung (5) zur Herstellung definierter Abschnitte (9') des Flüssigkeitsstrahls (9) und mit einem in Richtung des Flüssigkeitsstrahls (9) angeordneten Auffangbehälter (10, 10'), der einer Härtungseinrichtung (11) für die Abschnitte (9') des Flüssigkeitsstrahls (9) zugeordnet ist, dadurch gekennzeichnet, dass eine Mehrzahl von Düsen (3) vorgesehen ist, unterhalb derer eine gemeinsame Teileinrichtung (5) angeordnet ist und dass die Düsen (3) in bezug auf die Bewegungsrichtung so geneigt angeordnet sind, dass jeder der aus den Düsen (3) austretenden Flüssigkeitsstrahlen (9) mit der Bewegungsrichtung der Teileinrichtung (5) einen spitzen Winkel (β) bildet.
6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Neigungswinkel (β) der Düsen (3) so in bezug auf eine eingestellte Durchflußgeschwindigkeit des Flüssigkeitsstrahls (9) eingestellt ist, dass der resultierende Schneidweg durch den Flüssigkeitsstrahl (9) senkrecht zur Längsrichtung des Flüssigkeitsstrahls (9) in der Schneidebene (8) verläuft.
7. Vorrichtung nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Neigung der Düsen (3) einstellbar ist.
8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen (3) in der senkrecht zur Bewegungsrichtung der Teileinrichtung (5) verlaufenden Richtung senkrecht zur Schneidebene (8) ausgerichtet sind.

- 5 9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Teileinrichtung (5) rotierend bewegbar ist und dass die Düsen (3) auf einen gleichen Radius bezüglich der Rotationsachse (4) angeordnet sind.
- 10 10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen (3) einen gleichen Abstand zur Schneideebene (8) aufweisen.
- 15 11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Schneideebene (8) waagrecht angeordnet ist.
- 20 12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen (3) als abgewinkelte radiale Ansätze des zentral angeordneten Vorratsbehälters 1 ausgebildet sind.
- 25 13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass Vorratsbehälter (1), Teileinrichtung (5), Härtungseinrichtung (11) und Auffangbehälter (10, 10') in einem dichten Gehäuse (10, 10') untergebracht sind.
- 30 14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Gehäuse (10, 10') sterilisierbar und steril abdichtbar ausgebildet ist.
- 35



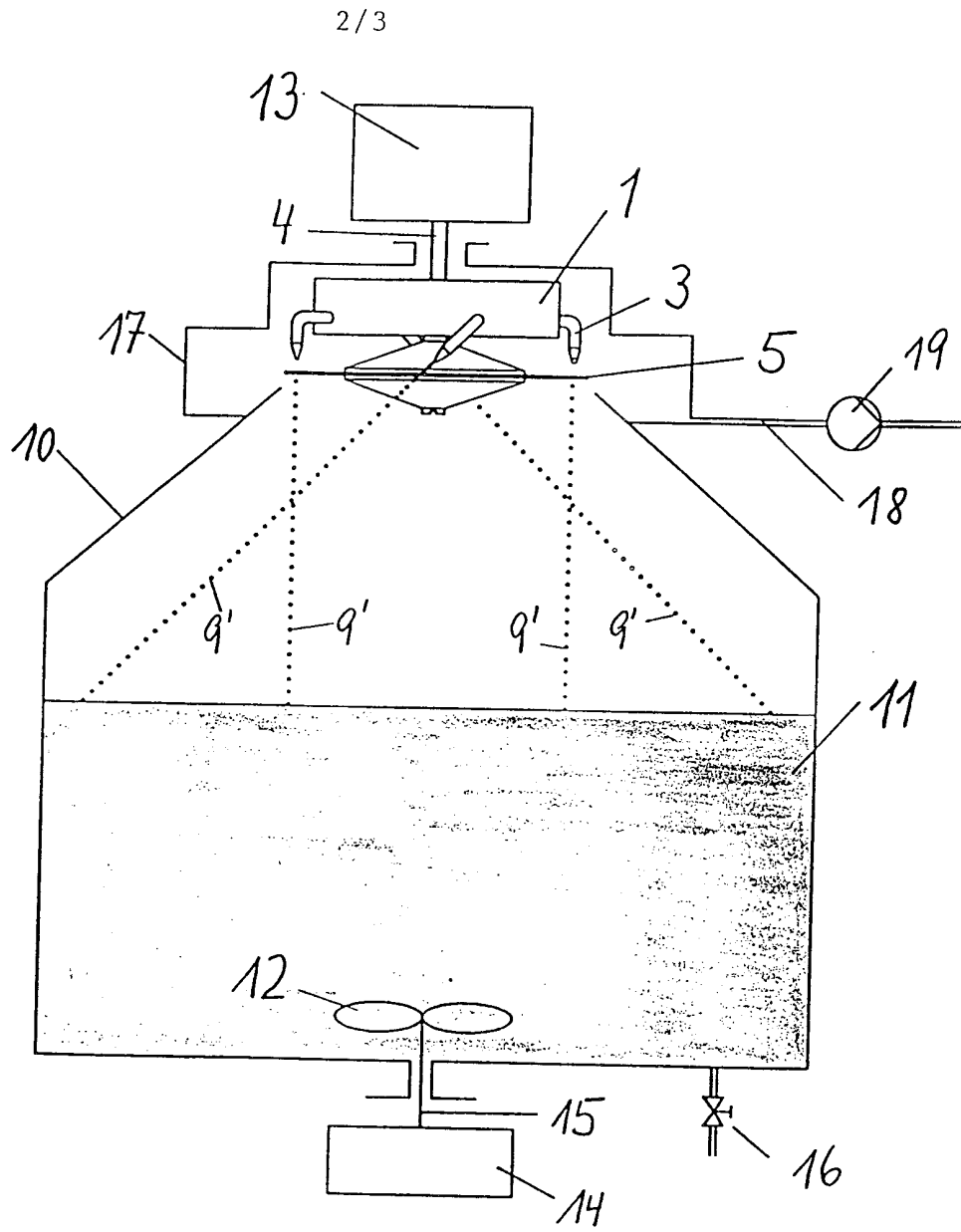


Fig. 3

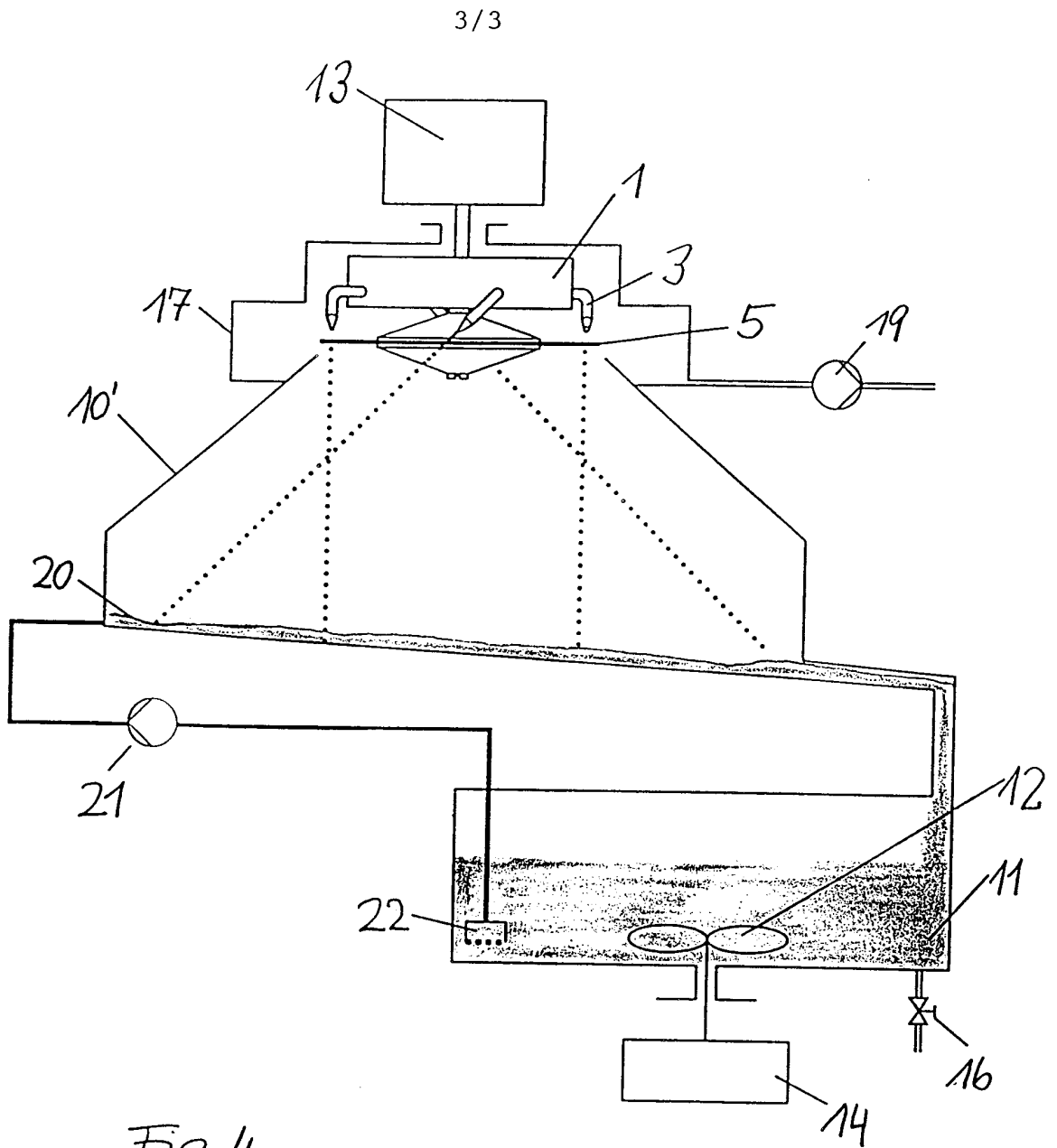


Fig. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/DE 00/00097

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 B01J2/06 B01J13/04

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 7 B01J

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

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where 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.
A	DE 44 24 998 A (VORLOP KLAUS DIETER ;BREFORD JUERGEN (DE)) 1 February 1996 (1996-02-01)	
A	US 1 671 683 A (PODSZUS) 29 May 1928 (1928-05-29)	
A,P	DE 197 55 353 C (THUERINGISCHES INST TEXTIL) 29 April 1999 (1999-04-29)	

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

19 May 2000

Date of mailing of the international search report

26/05/2000

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

Meertens, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/DE 00/00097

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 4424998	A	01-02-1996	NONE	
US 1671683	A	29-05-1928	NONE	
DE 19755353	C	29-04-1999	WO 9931141 A EP 0966486 A	24-06-1999 29-12-1999

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 00/00097

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 B01J2/06 B01J13/04

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

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 B01J

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°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 44 24 998 A (VORLOP KLAUS DIETER ;BREFORD JUERGEN (DE)) 1. Februar 1996 (1996-02-01) ----	
A	US 1 671 683 A (PODSZUS) 29. Mai 1928 (1928-05-29) ----	
A,P	DE 197 55 353 C (THUERINGISCHES INST TEXTIL) 29. April 1999 (1999-04-29) -----	

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

° 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

19. Mai 2000

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

26/05/2000

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

Meertens, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 00/00097

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 4424998 A	01-02-1996	KEINE	
US 1671683 A	29-05-1928	KEINE	
DE 19755353 C	29-04-1999	WO 9931141 A EP 0966486 A	24-06-1999 29-12-1999