



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1695809 B

(45) 授权公告日 2013. 09. 11

(21) 申请号 200410101395. 0

15-19, 说明书第 4 页 22-23 段, 第 6 页 25 行 - 第 7 页 30 行.

(22) 申请日 2004. 12. 17

审查员 马彩霞

(30) 优先权数据

2004-140313 2004. 05. 10 JP

(73) 专利权人 富士施乐株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 高木诚一 太田哲生

(74) 专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司 11127

代理人 丁香兰

(51) Int. Cl.

B01L 3/00 (2006. 01)

F17D 1/08 (2006. 01)

G01N 1/10 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 2002057627 A, 2002. 05. 16, 附图 1.

EP 1358931 A, 2003. 11. 05, 附图 3-6,

权利要求书2页 说明书9页 附图2页

(54) 发明名称

用于输送微粒分散液的方法及用于输送微粒分散液的装置

(57) 摘要

本发明提供了用于输送微粒分散液的方法, 该方法使得可以在微流道中使该微粒分散液以稳定流动的形式流动, 而且微粒不会发生沉降, 因而不会在流道内壁的底面上沉积, 或者堵塞或闭塞所述流道, 从而可高效回收所述微粒; 本发明还提供了可以长期用于输送微粒分散液的装置, 所述装置使得可以在微流道中使该微粒分散液以稳定流动的形式流动, 而且不会使微粒发生沉降, 因而微粒不会在流道内壁的底面上沉积, 或者堵塞或闭塞所述流道。

1. 用于输送微粒分散液的方法,所述方法包括:
设置微流道以使得出料部分在重力方向上位于进口部分的下方;
将由所述进口部分向所述出料部分延伸的微流道相对于重力方向的角度设定在 $0^{\circ} \sim 45^{\circ}$ 的范围内;并且
将微粒分散液引入所述进口部分,将所引入的微粒分散液以层流状态输送至所述出料部分;
其中,所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒,所述微粒具有 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径,而且所述微粒的比重是该液体介质的比重的 $1.01 \sim 21.00$ 倍。
2. 如权利要求1所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述微粒为选自树脂微粒、无机微粒、金属微粒和陶瓷微粒中的一种微粒。
3. 如权利要求1所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述微粒的体积平均粒径在 $0.1 \mu\text{m} \sim 500 \mu\text{m}$ 的范围内。
4. 如权利要求1所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述微粒的长轴长度与所述微粒的短轴长度的比为 $1 \sim 50$ 。
5. 如权利要求1所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述微粒的比重为所述液体介质的比重的 $1.05 \sim 12.00$ 倍。
6. 如权利要求1所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述微粒分散液中微粒的含量在 $0.1 \text{ 体积}\% \sim 60 \text{ 体积}\%$ 的范围内。
7. 如权利要求1所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述流道相对于重力方向的角度在 $0^{\circ} \sim 30^{\circ}$ 的范围内。
8. 如权利要求7所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述流道相对于重力方向的角度在 $0^{\circ} \sim 15^{\circ}$ 的范围内。
9. 用于输送微粒分散液的方法,所述方法包括:
使用具有进口部分和出料部分的微流道,并且该微流道中包含流道截面尺寸发生变化的部分和流道截面形状发生变化的部分中的至少一个部分;
设置所述微流道以使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方;
将由所述进口部分向所述出料部分延伸的流道的壁面相对于重力方向的角度设定在 $0^{\circ} \sim 45^{\circ}$ 的范围内;并且
将所述微粒分散液引入所述进口部分,将所引入的微粒分散液输送至所述出料部分;
其中,所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒,所述微粒具有 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径,而且所述微粒的比重是该液体介质的比重的 $1.01 \sim 21.00$ 倍。
10. 如权利要求9所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述微粒为选自树脂微粒、无机微粒、金属微粒和陶瓷微粒中的一种微粒。
11. 如权利要求9所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述微粒的比重是所述液体介质的比重的 $1.05 \sim 12.00$ 倍。
12. 如权利要求9所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述流道截面尺寸变化的部分和所述流道截面形状变化的部分中的至少一个部分的壁面相对于重力方向的所述角度在 $0^{\circ} \sim 30^{\circ}$ 的范围内。
13. 如权利要求12所述的用于输送微粒分散液的方法,其中,所述流道截面尺寸变化

的部分和所述流道截面形状变化的部分中至少一个部分的壁面相对于重力方向的所述角度在 $0^{\circ} \sim 15^{\circ}$ 的范围内。

14. 如权利要求 9 所述的用于输送微粒分散液的方法, 其中, 所述微粒的体积平均粒径在 $0.1 \mu\text{m} \sim 500 \mu\text{m}$ 的范围内。

15. 用于输送微粒分散液的装置, 所述装置包括:

具有进口部分和出料部分的微流道; 其中, 设置所述微流道以使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方; 而且从所述进口部分向所述出料部分延伸的流道相对于重力方向的角度设定在 $0^{\circ} \sim 45^{\circ}$ 的范围内;

其中, 所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒, 所述微粒具有 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径, 所述微粒的比重是该液体介质的比重的 1.01 倍 $\sim$ 21.00 倍, 而且所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分向所述出料部分输送。

16. 如权利要求 15 所述的用于输送微粒分散液的装置, 其中, 所述流道相对于重力方向的角度在 $0^{\circ} \sim 30^{\circ}$ 的范围内。

17. 如权利要求 16 所述的用于输送微粒分散液的装置, 其中, 所述流道相对于重力方向的角度在 $0^{\circ} \sim 15^{\circ}$ 的范围内。

18. 用于输送微粒分散液的装置, 所述装置包括具有以下部分的微流道:

进口部分;

出料部分; 以及

所述流道的截面尺寸发生变化的部分和所述流道的截面形状发生变化的部分中的至少一个部分;

其中, 设置所述微流道以使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方; 并将从所述进口部分向所述出料部分延伸的流道的壁面相对于重力方向的角度设定在 $0^{\circ} \sim 45^{\circ}$ 的范围内;

其中, 所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒, 所述微粒具有 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径, 所述微粒的比重是该液体介质的比重的 1.01 倍 $\sim$ 21.00 倍, 而且所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分向所述出料部分输送。

19. 如权利要求 18 所述的用于输送微粒分散液的装置, 其中, 所述流道截面尺寸变化的部分和所述流道截面形状变化的部分中至少一个部分的壁面相对于重力方向的所述角度在 $0^{\circ} \sim 30^{\circ}$ 的范围内。

20. 如权利要求 19 所述的用于输送微粒分散液的装置, 其中, 所述流道截面尺寸变化的部分和所述流道截面形状变化的部分中至少一个部分的壁面相对于重力方向的所述角度在 $0^{\circ} \sim 15^{\circ}$ 的范围内。

用于输送微粒分散液的方法及用于输送微粒分散液的装置

技术领域

[0001] 本发明涉及利用微流道来输送微粒分散液的方法及用于输送微粒分散液的装置。

背景技术

[0002] 近年来,已经对进行微米级化学反应或单元操作等作了各种研究。与此相关,已经提出了重点在于以较短的扩散时间进行萃取、分离、混合或颗粒形成的方法和装置。

[0003] 通常使微粒的分散液在横截面尺寸为厘米级或厘米以上数量级的管道(或导管)中流动,所述微粒的比重大于其液体介质的比重且其尺寸为微米级。

[0004] 然而,对于比重大于其液体介质的比重且其尺寸为微米级的微粒的分散液,却尚未提出使该微粒分散液在内径为微米级的管道中流动的任何方法。

[0005] 这是基于下列原因:当使比重大于其液体介质的比重且其尺寸为微米级的微粒的分散液在内径为微米级的管道中流动时,由于所述微粒的比重大于其介质,因此会产生微粒沉降而导致流动阻塞的问题。特别是,已知在内径为微米级的流道中,由于内径较小,因而其中的流体以层流状态流动。但是由于在层流状态下流体内部没有搅动,因此在随着流体一起移动时沉降的微粒没有受到任何向上的力,并由此堆积在管内底部。由于这个原因,在短时间内就会出现微粒沉降的问题。当微流道堵塞时,消除堵塞非常困难,所以会导致更严重的问题。

[0006] 以往认为在内径为微米级的管道中重力对微粒的影响变得相对较小(参见,例如,“Kagaku Kogaku(化学工学)”第66卷,第2期(2002))。然而,已经发现已分散的微米级微粒在重力作用下沉降时会产生问题。这是因为通常没有考虑到流道的有关重力方向的状态。

[0007] 当使微米级的微粒分散液在内径为厘米级或厘米以上数量级的管道中流动时,很少有微粒沉降以至于沉积在管内底部。据认为这是由于以下原因:尽管微粒沉降在理论上应该出现;然而,由于管道中的流体以湍流状态流动,因此产生了搅动。这意味着在实践中微粒不会沉降,因此在管道底面没有出现微粒的沉积。

[0008] 作为上述用于进行微米级化学反应及单元操作等的方法,已经提出了例如使用微流体体系的溶剂萃取方法(参见,例如,日本特开2002-361002号公报)。然而,这并不是用于含有微粒的体系的方法。

[0009] 还提出了以下方法:连续地形成单分散金属纳米颗粒的方法;通过使用上述纳米颗粒作为晶核生长晶体的方法;以及从纳米颗粒胶态分散液中连续脱盐或除去分解产物的方法。然而,所描述的金属纳米颗粒的尺寸为10nm或更低,且大于该尺寸的颗粒从未被提及(参见,例如,日本特开2003-193119号公报)。

[0010] 还提出了使用微型混合器连续产生形态均匀的微米颗粒和纳米颗粒的新方法,和该方法对于密封活性物质的应用,以及由该方法所制造的颗粒。然而,所制造的微米颗粒的尺寸为约1~约1000 μm (在实施例中为约10 μm)。当在微流道中输送含有比重大于其液体介质的比重的颗粒的分散液时,在管道内出现的沉降等会导致流动受到阻碍或使流道堵

塞（参见，例如，日本特表 2003-500202 号公报）。

[0011] 总之，还没有提出过稳定输送微米级微粒的分散物且不堵塞分散液输送管道的方法。例如，已经实施了合成微粒并在微流道中输送分散有微粒的液体的方法。然而，所述微粒的尺寸限于纳米级尺寸。在通过使用微型反应器制备微米级颗粒或类似物的方法中，在所述颗粒产生后立即将其从体系中排出。因此，还没有提出在微流道中输送含有颗粒的液体的方法。

[0012] 如上所述，到目前为止，还没有提出这样的方法和装置：不产生沉降或阻塞；能够稳定地输送微米级微粒；并且，还能够进行高效冲洗。

发明内容

[0013] 根据需要本发明已经提供：在微流道中以稳定流动的方式输送微粒分散液的方法，而且该微粒分散液不发生沉降，不会在流道内壁的底面上沉积或堵塞或闭塞流道，因而可高效回收所述微粒；本发明还提供了可以长期用于输送微粒分散液的装置，所述装置使得可以在微流道中以稳定流动形式输送微粒分散液，且该微粒分散液不发生沉降，不会在流道内壁的底面上沉积或堵塞或闭塞流道。

[0014] 本发明的第一方面是提供以下的用于输送微粒分散液的方法，该方法包括：设置微流道以使得出料部分在重力方向上位于进口部分的下方；将由所述进口部分向所述出料部分延伸的微流道相对于重力方向的角度设定在约 0° ~ 约 45° 的范围内；并且将微粒分散液引入所述进口部分，将所引入的微粒分散液以层流状态输送至所述出料部分；其中，所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒，所述微粒具有约 $0.1 \sim$ 约 $1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径，而且所述微粒的比重是该液体介质的比重的约 1.01 倍 ~ 约 21.00 倍。

[0015] 本发明第二方面是提供以下的用于输送微粒分散液的方法，该方法包括：使用具有进口部分和出料部分的微流道，并且该微流道中包含流道截面尺寸发生变化的部分和流道截面形状发生变化的部分中的至少一个部分；设置所述微流道以使得该出料部分在重力方向上位于该进口部分的下方；将由所述进口部分向所述出料部分延伸的流道的壁面相对于重力方向的角度设定在约 0° ~ 约 45° 的范围内；并且将所述微粒分散液引入所述进口部分，将所引入的微粒分散液输送至所述出料部分；其中，所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒，所述微粒具有约 $0.1 \sim$ 约 $1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径，而且所述微粒的比重是该液体介质的比重的约 1.01 倍 ~ 约 21.00 倍。

[0016] 本发明第三方面是提供以下的用于输送微粒分散液的装置，该装置包括：具有进口部分和出料部分的微流道；其中，设置所述微流道以使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方；从所述进口部分向所述出料部分延伸的流道相对于重力方向的角度设定在约 0° ~ 约 45° 的范围内；其中，所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒，所述微粒具有约 $0.1 \sim$ 约 $1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径，所述微粒的比重是该液体介质的比重的约 1.01 倍 ~ 约 21.00 倍，而且所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分向所述出料部分输送。

[0017] 本发明第四方面是提供以下的用于输送微粒分散液的装置，该装置包括具有以下部分的微流道：进口部分；出料部分；以及流道截面尺寸发生变化的部分和流道截面形状发生变化的部分中的至少一个部分；其中，设置所述微流道以使得所述出料部分在重力方

向上位于所述进口部分的下方;并将从所述进口部分向所述出料部分延伸的流道的壁面相对于重力方向的角度设定在 0° ~约 45° 的范围内;其中,所述微粒分散液包含分散于液体介质的微粒,所述微粒具有约 0.1 ~约 $1000\mu\text{m}$ 的体积平均粒径,所述微粒的比重是该液体介质的比重的约 1.01 倍~约 21.00 倍,而且所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分向所述出料部分输送。

附图说明

[0018] 图1是用于说明实施例1中所使用的微型反应器的示意图。

[0019] 图2是用于说明实施例4中所使用的微型反应器的示意图。

具体实施方式

[0020] 下面将对本发明进行详细说明。

[0021] 本发明的用于输送微粒分散液的第一方法(以下根据情况简称为“本发明的第一分散液输送方法”)为以下所述的用于输送微粒分散液的方法,该微粒分散液中,具有约 0.1 ~约 $1000\mu\text{m}$ 的体积平均粒径的微粒分散在液体介质中,且所述微粒的比重是液体介质的比重的约 1.01 ~约 21.00 倍,该方法中使用具有进口部分和出料部分的微流道,将所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分向所述出料部分输送,设置所述微流道使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方,将由该进口部分向该出料部分延伸的流道相对于重力方向的角度设定在约 0° ~约 45° 的范围内,将所述微粒分散液引入所述进口部分并将所引入的微粒分散液输送至所述出料部分。

[0022] 本发明的用于输送微粒分散液的第二方法(以下根据情况简称为“本发明的第二分散液输送方法”)为以下所述的用于输送微粒分散液的方法,该微粒分散液中,具有约 0.1 ~约 $1000\mu\text{m}$ 的体积平均粒径的微粒分散在液体介质中,且所述微粒的比重是液体介质的比重的约 1.01 ~约 21.00 倍,所述方法中,使用具有进口部分和出料部分且具有流道截面尺寸发生变化的部分和/或流道截面形状发生变化的部分的微流道,将所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分向所述出料部分输送,设置所述微流道使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方,将由所述进口部分向所述出料部分延伸的流道的壁面相对于重力方向的角度设定在约 0° ~约 45° 的范围内,将所述微粒分散液引入所述进口部分并将所引入的微粒分散液输送至所述出料部分。

[0023] 在本发明中,除了微粒粒径为 $5\mu\text{m}$ 或更小的情况,微粒的体积平均粒径是用TA-II型库尔特粒度仪(由Beckman Coulter, Inc. 制造)测得的值。利用取决于微粒粒径水平的最佳孔径测量该体积平均粒径。然而,在微粒粒径为 $5\mu\text{m}$ 或更小的情况下,用激光散射粒径分布测量仪(商品名:LA-700,由堀场制作所制造)来测量体积平均粒径。此外,当粒径为纳米级时,用BET式比表面积测量仪(商品名:Flow Sorb II2300,由岛津制作所制造)来测量体积平均粒径。

[0024] 微粒的比重用比重瓶(商品名:Ultrapycnometer 1000,由Yuasa Ionics Co., Ltd. 制造)通过气相置换法(比重瓶法)来测量。

[0025] 液体介质的比重用比重测定用具(商品名:AD-1653,由A&D Co., Ltd. 制造)进行测量。

[0026] 在本发明的第一和第二分散液输送方法（以下还可以称为“本发明的分散液输送方法”）中所使用的微粒分散液是以下所述的分散液，其中：具有约 0.1 ~ 约 1000 μm 的体积平均粒径的微粒分散在液体介质中，且所述微粒的比重是所述液体介质的比重的约 1.01 ~ 约 21.00 倍。

[0027] 对所述微粒没有特别限制，只要其体积平均粒径是约 0.1 ~ 约 1000 μm 即可。所述微粒可以选自树脂微粒、无机微粒、金属微粒、陶瓷微粒和其它类似颗粒。

[0028] 如上所述，微粒的体积平均粒径要求为约 0.1 ~ 约 1000 μm ，且优选为约 0.1 ~ 约 500 μm ，更优选为约 0.1 ~ 约 200 μm ，再优选为约 0.1 ~ 约 50 μm 。如果微粒的体积平均粒径大于 1000 μm ，如下文所述，由于所述微流道的尺寸为几微米到数千微米，因此本发明中所使用的在微流道中输送的微粒分散液中的微粒可能会导致所述流道堵塞。另一方面，如果微粒的体积平均粒径小于 0.1 μm ，几乎不产生微粒沉积的问题，但微粒与内壁表面之间的相互作用的影响增大，因而会导致例如微粒粘附到内壁表面上的问题。

[0029] 对微粒的形状没有特别限制。然而，如果微粒是针状的，特别是如果其长轴大于流道宽度的 1/4，则流道堵塞的可能性会变高。根据这个观点，所述微粒的长轴长度与其短轴长度的比例（即，长轴长度 / 短轴长度）优选为 1 ~ 50，更优选为 1 ~ 20。所述流道的宽度需要根据粒径和颗粒形状进行适当地选择。

[0030] 微粒的种类可以为下列实例中的任何一种：有机的和无机的晶体或聚集体，例如聚合物颗粒或颜料颗粒；金属微粒；金属化合物微粒，例如金属氧化物的、金属硫化物的和金属氮化物的微粒；以及陶瓷微粒。然而，所述微粒并不局限于这些类型。

[0031] 聚合物微粒的具体实例包括由下列聚合物制成的微粒：聚乙烯醇缩丁醛树脂、聚乙烯醇缩乙醛树脂、聚芳酯树脂、聚碳酸酯树脂、聚酯树脂、苯氧基树脂、聚氯乙烯树脂、聚偏二氯乙烯树脂、聚乙酸乙烯酯树脂、聚苯乙烯树脂、丙烯酸树脂、甲基丙烯酸树脂、聚丙烯酰胺树脂、聚酰胺树脂、聚乙烯吡啶树脂、纤维素基树脂、聚氨基甲酸酯树脂、环氧树脂、有机硅树脂、聚乙烯醇树脂、酪蛋白、氯乙烯 / 乙酸乙烯酯共聚物、改性氯乙烯 / 乙酸乙烯酯共聚物、氯乙烯 / 乙酸乙烯酯 / 顺丁烯二酸酐共聚物、苯乙烯 / 丁二烯共聚物、偏二氯乙烯 / 丙烯腈共聚物、苯乙烯 / 醇酸树脂和苯酚 / 甲醛树脂等。

[0032] 金属或金属化合物微粒的实例包括由下列物质制成的微粒：金属，例如炭黑、锌、铝、铜、铁、镍、铬或钛等或它们的合金；金属氧化物，例如 TiO_2 、 SnO_2 、 Sb_2O_3 、 In_2O_3 、 ZnO 、 MgO 或氧化铁等，或其任何复合物；金属氮化物，例如氮化硅等；和它们的任何组合。

[0033] 可以采用多种方法以制备这些微粒。在很多情况下，它是在介质内直接合成的制备方法，且不必改性即可使用；也可以通过将团块机械粉碎，然后在介质中分散的方法制备微粒。该方法在很多情况下，是在介质中粉碎团块且将产物直接投入使用。

[0034] 在处理由干法制备的粉末（微粒）的情况下，使用前必须将粉末分散在介质中。在介质中分散干燥粉末的方法可以是使用砂磨机、胶体磨、超微磨碎机、球磨机、珠磨机 (Dynomill)、高压匀化器、超声波分散器、共球磨机或辊轧机等的方法。此时，优选在初级颗粒没有被分散过程所粉碎的情况下实施本方法。

[0035] 所述微粒的比重要求为液体介质的比重的约 1.01 ~ 约 21.00 倍，优选为约 1.05 ~ 约 12.00 倍，更优选为约 1.05 ~ 约 5.00 倍。如果所述微粒的比重小于液体介质的 1.01 倍，由于所述微粒漂浮至液体介质的表面，因此难以输送所述微粒。另一方面，如果所

述微粒的比重大于液体介质的 21.00 倍,则所述微粒大量沉淀以至于难以输送所述微粒。

[0036] 对所述液体介质没有特别限制,只要所述微粒的比重可以设定在如上所述的液体介质的比重的约 1.01 ~ 约 21.00 倍的范围内即可。其实例包括水、水性介质、有机溶剂型介质等。

[0037] 所述的水可以是离子交换水、蒸馏水或电解离子水等。有机溶剂型介质的具体实例包括甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇、苯甲醇、甲基溶纤剂、乙基溶纤剂、丙酮、甲乙酮、环己酮、乙酸甲酯、乙酸正丁酯、二噁烷、四氢呋喃、二氯甲烷、氯仿、氯苯、甲苯、二甲苯等和其两种或两种以上的混合物。

[0038] 液体介质优选例的变化取决于微粒的类型。取决于微粒类型的液体介质的优选例如下所述。与聚合物微粒(其比重通常为约 1.05 ~ 1.6)相结合的液体介质的优选例包括水性溶剂、有机溶剂(例如醇、二甲苯等)、酸性水或碱性水等不溶解所述微粒的溶剂。

[0039] 与金属微粒或金属化合物微粒(其比重通常为约 2 ~ 10)相结合的液体介质的优选例包括不与所述金属发生氧化、还原或其他反应的水、有机溶剂(例如醇、二甲苯等)和油。

[0040] 在本发明的分散液输送装置中,微粒与液体介质相结合的更优选的实例包括聚合物微粒与水性介质的组合以及金属或金属化合物与低粘度油性介质的组合。特别优选为聚合物微粒与水性介质的组合。

[0041] 在微粒分散液中微粒的百分比含量优选为约 0.1 ~ 60 体积%,更优选约 5 体积%~约 30 体积%。如果在微粒分散液中微粒的百分比含量小于 0.1 体积%,则在回收微粒时会产生问题。如果百分比含量大于 60 体积%,所述颗粒堵塞流道的可能性就会增加。

[0042] 本发明中所使用的微流道为具有进口部分和出料部分的其宽度为微米数量级的流道,具体地为宽度从几微米到数千微米的流道。该微流道优选为如下所述微型反应器。

[0043] 下面以其中将微型反应器用作微流道的情况作为实例,对本发明的分散液输送方法和利用微流道来输送微粒分散液的装置进行描述。

[0044] 本发明中所使用的微型反应器是具有一个或多个微米级流道的反应器,流道的数量优选为两个或更多。由于微型反应器的各个流道为微米级,其尺寸和流速均较小,且其雷诺数为几百或更小。因此,当液体在本发明中所使用的微型反应器中输送时,所述液体是以层流状态输送。

[0045] 雷诺数(Re)由下列等式表示: $Re = uL/v$,其中 u 代表流速, L 代表特征长度, v 代表运动粘度系数。当该值为约 2300 或更小时,主要为层流。

[0046] 本发明中所使用的微型反应器的材料可以是通常所使用的材料,例如金属、陶瓷、塑料或玻璃等。优选根据所输送的液体介质适当地选择材料。

[0047] 在本发明的第一分散液输送方法中,设置微型反应器使得出料部分在重力方向上位于进口部分的下方,并将从进口部分向出料部分延伸的流道相对于重力方向的角度设定在约 0° ~ 约 45° 的范围内。在本文中,流道相对于重力方向的角度是指,重力方向与在流道的各部分将流道切断时所得各重心的连线之间所成的角度。

[0048] 流道与重力方向的角度优选为约 0° ~ 30° ,更优选为约 0° ~ 约 15° ,再优选为约 0° ~ 约 10° ,最优选为约 0° ~ 约 5° 。如果流道与重力方向的角度大于 45° ,微粒将沉降以致于粘附或沉积在流道内壁的底面,从而导致流道的阻塞。

[0049] 在本发明的第二分散液输送方法中,设置微型反应器使得出料部分在重力方向上位于进口部分的下方,该微型反应器还具有:流道截面尺寸变化的部分;和/或流道截面形状变化的部分;此外将从进口部分向出料部分延伸的流道的壁面相对于重力方向的角度设定在约 0° ~约 45° 的范围内。

[0050] 流道的壁面相对于重力方向的角度优选为约 0° ~约 30° ,更优选为约 0° ~约 15° ,再优选为约 0° ~约 10° ,最优选为约 0° ~约 5° 。如果流道的壁面与重力方向的角度大于 45° ,微粒将沉降以致于粘附或沉积在流道内壁的底面,从而导致流道的阻塞。

[0051] 在本发明的第一分散液输送方法的所述微型反应器具有流道截面尺寸变化的部分和/或流道截面形状变化的部分的情况下,流道中截面尺寸变化的部分和/或截面形状变化的部分的壁面相对于重力方向的角度优选为约 0° ~ 45° ,更优选为约 0° ~约 30° ,再优选为约 0° ~约 15° ,更加优选为约 0° ~约 10° ,最优选为约 0° ~约 5° 。

[0052] 仅仅通过使流道方向与重力方向相同,即可以防止或克服微流道中微粒的沉积。然而,使微型反应器中所有流道的方向与重力方向相同是不可能的。因此,对流道的倾角与微粒沉降程度之间的关系进行了充分的研究。作为结果,已发现当流道或流道的壁面相对于重力方向的角度为至少约 0° ~约 45° 时,其中的颗粒沉降将不再是显著的问题。因此,当将上述微粒分散液引入上述进口部分时,所述微粒分散液可以在重力作用下以稳定流动的形式输送至出料部分,然后以高回收效率得到回收,同时不会使微粒沉降或沉积在流道内壁的底面上,因而不会导致流道的阻塞或闭塞。

[0053] 本发明的分散液输送方法优选用于冲洗微粒。为了冲洗微粒,通常采用其中将间歇法过滤与再分散相结合的方法。因此,由于将颗粒在工序之间转移以及一些微粒残留在过滤器上的事实,其效率很低。通过将本发明的可以克服沉降问题的分散液输送方法应用于所述冲洗过程,可以使效率得到很大改善。

[0054] 本发明的用于输送微粒分散液的第一装置(下文可以根据情况简称为“本发明的第一分散液输送装置”)为以下所述的用于输送微粒分散液的装置,该微粒分散液中,具有约 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径的微粒分散在液体介质中,且所述微粒的比重是该液体介质的比重的约 $1.01 \sim 21.00$ 倍,所述装置包括具有进口部分和出料部分的微流道,所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分向所述出料部分输送,在该装置中,设置所述微流道使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方;将从所述进口部分向所述出料部分延伸的流道相对于重力方向的角度设定在约 0° ~约 45° 的范围内。

[0055] 本发明的用于输送微粒分散液的第二装置(下文可以根据情况简称为“本发明的第二分散液输送装置”)为以下所述的用于输送微粒分散液的装置,该微粒分散液中,具有约 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ 的体积平均粒径的微粒分散在液体介质中,且所述微粒的比重是该液体介质的比重的约 $1.01 \sim 21.00$ 倍,所述装置包括具有进口部分和出料部分的微流道,并包括流道截面尺寸发生变化的部分和/或流道截面形状发生变化的部分,所述微粒分散液以层流状态从所述进口部分输送至所述出料部分,该装置中,设置所述微流道使得所述出料部分在重力方向上位于所述进口部分的下方,将从所述进口部分向所述出料部分延伸的流道的壁面相对于重力方向的角度设定在约 0° ~约 45° 的范围内。

[0056] 本发明的第一和第二微粒分散液输送装置(下文简称为“本发明的微粒分散液输送装置”)中的微粒分散液和微流道分别与本发明的所述分散液输送方法中的微粒分散液

和微流道相同。其优选实例也相同。

[0057] 在本发明的微粒分散液输送装置中流道相对于重力方向的角度和其中流道的壁面相对于重力方向的角度分别与所述分散液输送方法中的相应角度相同。其优选值也相同。

[0058] 简单地通过使用本发明的分散液输送装置并将微粒分散液引入进口部分,可以将微粒在重力作用下以稳定流动的形式输送至出料部分。然后所述微粒即可以高回收效率进行回收,同时不会使微粒沉降或沉积在流道内壁的底面上,因而不会导致流道的阻塞或闭塞。

[0059] 本发明的分散液输送方法优选用于冲洗微粒。为了冲洗微粒,通常采用将间歇法过滤与再分散相结合的方法。因此,由于将颗粒在工序之间转移以及一些微粒残留在过滤器上的事实,其效率很低。通过将本发明的可以克服沉降问题的分散液输送装置应用于所述冲洗过程,可以使效率得到很大改善。另外,本发明的分散液输送装置可以长期使用。

[0060] 实施例

[0061] 通过下列实施例对本发明进行更具体地描述。然而,本发明并不局限于这些实施例。

[0062] 首先,对在下列实施例和对比例中各种性能的测量方法进行描述。

[0063] 除了微粒粒径为 $5\mu\text{m}$ 或更小的情况之外,微粒的体积平均粒径是用 TA-II 型库尔特粒度仪(由 Beckman Coulter, Inc. 制造)测得的值。利用取决于微粒粒径水平的最佳孔径测量该体积平均粒径。然而,在微粒粒径为 $5\mu\text{m}$ 或更小的情况下,用激光散射粒径分布测量仪(商品名:LA-700,由堀场制作所制造)来测量体积平均粒径。此外,当粒径为纳米级时,用 BET 式比表面积测量仪(商品名:Flow Sorb II2300,由岛津制作所制造)来测量体积平均粒径。

[0064] 微粒的比重用比重瓶(商品名:Ultrapycnometer 1000,由 Yuasa Ionics Co., Ltd. 制造)通过气相置换法(比重法)来测量。

[0065] 液体介质的比重用比重测定用具(商品名:AD-1653,由 A&D Co., Ltd. 制造)进行测量。

[0066] < 实施例 1 >

[0067] 参考图 1 对实施例 1 进行描述。图 1 是用于说明实施例 1 中所使用的微型反应器的示意图。在图 1 中,微型反应器 10 由玻璃制成,且在微型反应器 10 中设置有流道 L1、L2 和 L3。在流道 L1、L2 和 L3 中,分别设置有进口 1 和 2 及出料口 3。所述各个部分的横截面为矩形,其高度是 $100\mu\text{m}$ 。每个流道 L1 和 L2 的宽度均为 $250\mu\text{m}$,其长度是 20mm。流道 L3 的宽度是 $500\mu\text{m}$,其长度是 50mm。流道 L1 和 L2 相对于重力方向的角度均为 45° ,流道 L3 相对于重力方向的角度为 0° 。

[0068] 通过引入装置(未示出)将下列流体分散液 A 和下列流体分散液 B 分别引入至进口 1 和 2。

[0069] 所述分散液 A 是含有 5 体积%聚苯乙烯微粒的水性分散液,所述聚苯乙烯具有 $10\mu\text{m}$ 的体积平均粒径(商品名:Standard size particles 4210A,由 MORITEX Corporation 生产)。所述聚苯乙烯微粒的比重是水的 1.05 倍。

[0070] 所述分散液 B 是在乙醇中含有 8 体积%聚甲基丙烯酸甲酯微粒的分散液,所述微

粒的体积平均粒径为 $3\mu\text{m}$ 。所述聚甲基丙烯酸甲酯微粒的比重是乙醇的 1.50 倍。

[0071] 将所述分散液 A 和 B 分别引入进口 1 和 2 中,使其向出料口 3 方向流下以进入流道 L3,从出料口 3 出料以便收集。所述分散液 A 和分散液 B 的流速彼此相同,各自为 0.1mL/小时。用 5 个小时将所述分散液 A 和 B 分别引入进口 1 和 2。分散液输送流在被输送的 5 小时内非常稳定,所述聚苯乙烯微粒和聚甲基丙烯酸甲酯微粒均没有粘附到流道的壁面上或堵塞流道。

[0072] < 实施例 2>

[0073] 除了流道 L1、L2 和 L3 的高度均为 $200\mu\text{m}$ 、流道 L1 和 L2 的宽度均为 $400\mu\text{m}$ 、流道 L3 的宽度是 $800\mu\text{m}$ 以外,所用的微型反应器具有与实施例 1 中所使用的微型反应器相同的结构。分散液 A 变为水,分散液 B 变为如下所述的分散液 C。除了上述改变,用与实施例 1 相同的方法,将水和分散液 C 分别引入进口 1 和 2,用 5 个小时输送。所述水和分散液 C 的输送流非常稳定,没有聚苯乙烯微粒粘附到壁面上或堵塞流道。

[0074] 所述分散液 C 是含有 5 体积%聚苯乙烯微粒的水性分散液,所述微粒具有 $50\mu\text{m}$ 的体积平均粒径(商品名:Standard size particles 4250A,由 MORITEX Corporation 生产)。所述聚苯乙烯微粒的比重是水的 1.05 倍。

[0075] < 实施例 3>

[0076] 除了用如下所述的分散液 D 代替分散液 A 以外,用与实施例 1 中相同的方法,将分散液 D 和分散液 B 分别引入进口 1 和 2。用 5 小时连续输送所述分散液,输送流非常稳定,没有聚苯乙烯微粒粘附到壁面上或堵塞流道。

[0077] 分散液 D 是含有 10 体积%聚苯乙烯微粒的水性分散液,所述微粒具有 $0.1\mu\text{m}$ 的体积平均粒径(商品名:Standard size particles 5010A,由 MORITEX Corporation 生产)。所述聚苯乙烯微粒的比重是水的 1.05 倍。

[0078] < 对比例 1>

[0079] 除了流道 L1 和 L2 相对于重力方向的角度均为 60° 以外,所用的微型反应器具有与实施例 1 中所使用的微型反应器相同的结构,用与实施例 1 相同的方法分别将分散液 A 和分散液 B 引入进口 1 和 2。结果,在约 20 分钟内微粒在流道 L1 的内壁的底面上明显沉积。60 分钟后,在流道 L1 中所述分散液输送不足。类似地,对于流道 L2,微粒的沉积在约 30 分钟内变得明显,90 分钟后分散液开始难以流动。

[0080] < 对比例 2>

[0081] 除了流道 L1 和 L2 相对于重力方向的角度均为 50° 以外,所用的微型反应器具有与实施例 1 中所使用的微型反应器相同的结构,用与实施例 1 相同的方法分别将分散液 A 和分散液 B 引入进口 1 和 2。结果,在约 40 分钟内微粒在流道 L1 的内壁的底面上明显沉积。90 分钟后,在流道 L1 中所述分散液输送不足。类似地,对于流道 L2,微粒的沉积在约 60 分钟内变得明显,并且在 120 分钟后该流道 L2 趋于堵塞。

[0082] < 实施例 4>

[0083] 参考图 2 对实施例 4 进行描述。图 2 是用于说明实施例 4 中所使用的微型反应器的示意图。在图 2 中,微型反应器 12 由丙烯酸树脂制成,在所述微型反应器 12 中设置有流道 L4 和 L6 以及连接流道 L5。所述流道 L4 和 L6 以及连接流道 L5 各自具有矩形横截面,长度分别为 30mm、30mm 和 0.26mm。各个流道的高度为 $50\mu\text{m}$ 。所述流道 L4 和 L6 中分别具有

进口 4 和出料口 6。流道 L4 和 L6 分别具有 500 μm 和 200 μm 的宽度。流道 L4 和 L6 的壁面相对于重力方向的角度均为 0° 。流道 L5 是用于将流道 L4 和 L6 彼此连接的流道。流道 L5 中倾斜的壁面相对于重力方向的角度为 30° 。

[0084] 通过未示出的引入装置将如下所述的分散液 E 引入进口 4。

[0085] 所述分散液 E 是含有 10 体积% TiO_2 微粒的乙醇分散液,所述微粒具有 0.4 μm 的体积平均粒径(商品名:KRONOS KA-15,由 Titan Kogyo Kabushiki Kaisha 生产)。所述 TiO_2 微粒的比重是乙醇的 4.92 倍。

[0086] 通过加压使已引入至进口 4 的分散液 E 向出料口 6 输送,其流速为 1ml/小时。用 3 个小时将分散液 E 引入至进口 4 中以进行输送,分散液流非常稳定,没有 TiO_2 微粒粘附到流道的壁面上或堵塞流道。

[0087] < 实施例 5>

[0088] 将实施例 4 中的分散液 E 用下列分散液 F 代替:含有 5 体积%经筛选的不锈钢球(具有约 50 μm 的粒径的不锈钢微粒)(商品名:Standard size particles 435,由 MORITEX Corporation 生产)的水性分散液。不锈钢球的比重是水的约 8 倍。除了流道 L4、L5 和 L6 高度均为 500 μm 、流道 L4 和 L6 的宽度分别是 1000 μm 和 400 μm 、流道 L4、L5 和 L6 的长度分别是 30mm、0.52mm 和 30mm 以外,所述微型反应器具有与实施例 4 中使用的微型反应器相同的结构。将流速改为 10ml/小时。用 3 个小时以与实施例 4 相同的方法将分散液 F 引入进口 4 中以进行输送,分散液流非常稳定,没有不锈钢球粘附到流道的壁面上或堵塞流道。

[0089] < 对比例 3>

[0090] 除了连接流道 L5 相对于重力方向的角度为 90° 以外,所用的微型反应器具有与实施例 4 中所使用的微型反应器相同的结构。用与实施例 4 相同的方法将分散液 E 引入进口 4。结果,在约 10 分钟内,在连接流道 L5 的壁面上 TiO_2 微粒的沉积变得明显,在约 30 分钟内流道 L5 被堵塞。

[0091] < 对比例 4>

[0092] 除了连接流道 L5 相对于重力方向的角度为 50° 以外,所用的微型反应器具有与实施例 4 中所使用的微型反应器相同的结构。用与实施例 4 相同的方法将所述分散液 E 引入进口 4。结果,在约 30 分钟内,在连接流道 L5 的壁面上 TiO_2 微粒的沉积变得明显,在约 1 小时内流道 L5 趋于堵塞。

[0093] 如上所述,根据本发明,可以提供:在微流道中以稳定流动的形式输送微粒分散液的方法,该微粒不会发生沉降,因而不会在流道的内壁的底面上沉积或堵塞或闭塞流道,从而可高效回收所述微粒;本发明还提供了可以长期用于输送微粒分散液的装置,所述装置使得可以在微流道中以稳定流动的形式输送微粒分散液,而且不会使微粒发生沉降,因而该微粒不会在流道的内壁的底面上沉积或堵塞或闭塞流道,从而可以高效回收所述微粒。

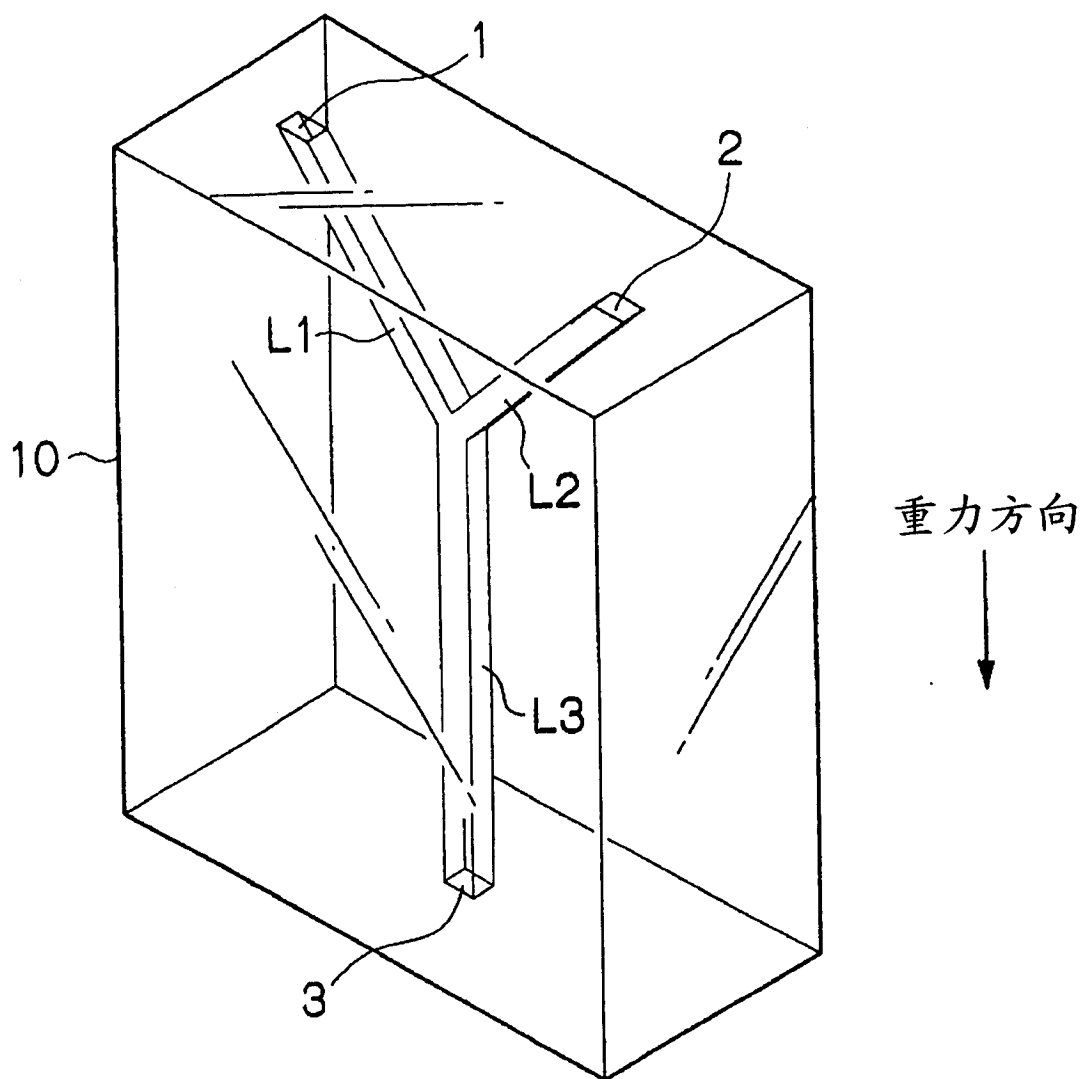


图 1

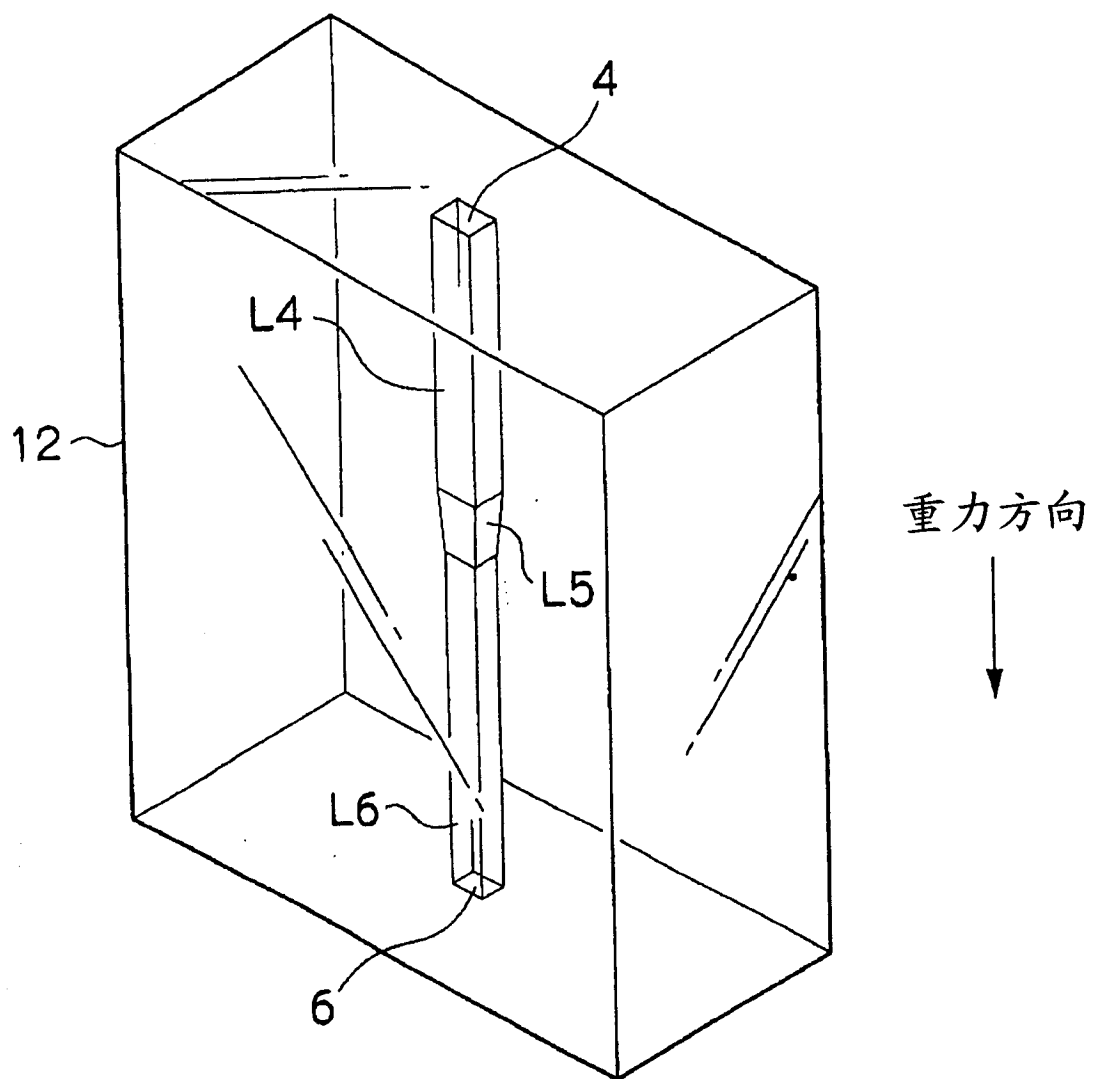


图 2