

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

B01F 3/12

B01J 2/30

B05B 17/06 C09B 67/08

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 94102115.7

[45]授权公告日 1999年5月19日

[11]授权公告号 CN 1043408C

[22]申请日 94.2.23 [24]颁证日 99.3.4

[21]申请号 94102115.7

[30]优先权

[32]93.2.25 [33]DE [31]P4305713.6

[73]专利权人 赫彻斯特股份公司

地址 联邦德国法兰克福

[72]发明人 S·哈福尔斯 J·哈特尔

G·诺尔特那 P·米施科

[56]参考文献

CN2098576 1992. 3. 11 F04/25/10

CN2098576 1992. 3. 11 F04/25/10

JP54155122 1980. 1. 1 B22D11/10

JP54155122 1980. 1. 1 B22D11/10

US4806150 1989. 3. 1 B05B9/04

US4806150 1989. 3. 1 B05B9/04

审查员 45 18

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

代理人 黄泽雄

权利要求书 2 页 说明书 12 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 使少量液体均匀分布到疏松物料上的方法和设备

[57]摘要

一种使少量液体均匀分布到细粉末的固体物质表面上的方法,其特征是,在所述固体在混合设备中被混合前或被混合时或者被混合前和被混合时,用一个或多个超声波喷嘴将所述的液体喷到要处理的细粉末的固体物质上,就可使用很少量液体将固体粒料、粉末或粉尘进行除尘。本发明方法也适宜于将乳浊,溶剂,分散体或融体涂覆到固体物质粒子表面上。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权 利 要 求 书

1.使少量液体均匀分布到细粉末的固体物质表面上的方法,其特征是,在所述的固体物质在一个混合器中被混合前或被混合时、或者被混合前和被混合时用一个或多个超声波喷嘴将所述的液体喷到要处理的细粉末的固体物质上。

2.按权利要求1的方法,其特征是,细粉末的固体物质是一种颗粒染料或者粉末染料。

3.按权利要求1的方法,其特征是,所喷的液体是一种矿物油,植物油,乙二醇,氧杂烷基化物(Oxalkylat),甘油,一种乙二醇醚,甘油醚,一种脂族胺或一种所述的液体的混合物。

4.按权利要求1至3中之一的方法,其特征是,所喷的液体是乙二醇,己二醇或脂族醇聚乙二醇醚。

5.按权利要求1至3中之一的方法,其特征是,所喷的液体是一种油-水乳液。

6.按权利要求5的方法,其特征是,所喷的液体是一种矿物油乳液。

7.按权利要求1至3中之一的方法,其特征是,所喷的液体是一种水溶液,一种分散液或一种融体,一种为了分配到细分散固体表面上的化合物。

8.按权利要求1至3中之一的方法,其特征是,要喷到细粒粉末的固体物质表面上的液体量为所使用的固体物质重量的0.001至15%(重量)。

9.按权利要求 8 的方法,其特征是,所说的液体量为所使用的固体物质重量的 0.001 至 1 % (重量)。

10.使少量液体均匀分布到细粉末的固体物质表面上的设备,其特征是,至少一个超声波喷嘴与机械的或气动的混合器相组合。

11.按权利要求 10 的设备,其特征是,超声波喷嘴的流量为 2g/h 至 100kg/h 之间。

12.按权利要求 11 的设备,其特征是,所说流量为 20g/h 至 800g/h 之间。

13.按权利要求 10 的设备,其特征是,将一种超声波轴向喷雾器用作超声波喷嘴,它可产生有 10 至 200° 角的细长全锥形的液体射流,在频率为 20 至 100kHz 之间的条件下工作并产生液滴谱,其相对或然率分布的最大值处于 15 至 25 μ m 之间。

14.按权利要求 13 的设备,其特征是,其中所说的、细长全锥形的液体射流的角度为 10 至 50°。

15.按权利要求 13 的设备,其特征是,其中所说的、细长全锥形的液体射流的角度为 10 至 20°。

16.按权利要求 13 的设备,其特征是,其中所说的频率为 60kHz。

17.按权利要求 10 - 16 中之一的设备,其特征是,至少将一个超声波喷嘴安置于混合器的入口区内。

18.按权利要求 10 - 16 中之一的设备,其特征是,将至少一个超声波喷嘴安置于离混合装置和容器壁的距离尽量大的混合器内室中。

说 明 书

使少量液体均匀分布到 疏松物料上的方法和设备

使少量液体助剂均匀分布到粒料和细粉末的固体物质上,就能例如提高粒料和细粉末固体物的溶解度,加速其悬浮于溶液之后的反应过程和离解过程,就能改善其可分散性,改善其流动性,改善其光学性能以及改善其味道和气味,防止潮气,防止氧气,防止细菌或真菌的侵害或者抑制粉末飞扬。特别是对颗粒染料和粉末染料来说,作为质量标志的无灰尘性和松散性获得越来越重要的意义。

用液体助剂处理比用固体形式的助剂处理的优点是,液体助剂较易分配,而且由于可以稀释,可将其以最小的浓度有控制地进行涂层。

代替粒料或粉料均匀地混入一种液体助剂,可以用喷雾后形成的涂层达到与采用少量液体助剂相同的效果。同时从产品纯度和尽量降低成本的考虑,人们正努力寻求使用尽可能少量的液体涂层助剂,同时使这些助剂尽可能均匀分布。

在所有应用中,涂覆的质量和下列因素有关:所加物料的计算

量、加料设备的结构和布局、涂覆剂的分布、被处理的疏松物料的混合和均匀化。

在很多的已知设备中,可在一流化床中同时或分步地造粒、干燥和涂覆。为加入和均匀地分配一种液体助剂,优选的是应用喷嘴。为有效和均匀地喷雾,最小的单物料喷嘴所需的流量至少为 0.014 l/h(升/小时)。当此种流量时其喷嘴的孔径为 0.1mm,对水来说至少需要 5 巴的液体压力。这种孔的喷嘴对固体杂质特别敏感。较高粘度的液体需要相应高的液体压力。因此对小流量优选的是用二和三物料喷嘴。但所有这些多物料喷嘴的缺点是:喷雾气流会产生废空气。经常也会有一部分液体助剂随着所产生的废空气以蒸汽形式或以最小的颗粒形状逸出。因此在很多情况下,过滤器或气体洗涤器的管道上会形成沉积物。有时这些油和灰尘沉积物将导致过滤器堵塞。例如通过分析已确定,在喷己二醇到沸腾床中的粒料上时,多达 30% 被喷入的己二醇经过粒料进入废空气中。

只有在为处理疏松物料的需要,可喷较多液体的情况下,才可规定均匀加料。在单物料喷嘴起动和停车时经常会形成非均匀分布的闪烁的(*flackernd*)喷雾图。此时,应把紧接着的混合时间和混合强度作足够地选择。经常还会形成粘结块和团块。这样又需要重新过筛处理过的疏松物料。

本发明的任务是提供一种方法和设备,使少量液体在疏松物料上能均匀分配,而又可克服现有技术所出现的缺点。

已发现：如果使用与混合器配合的一种超声波喷嘴，可意想不到地将液体非常均匀地分布到细粉末的固体表面上，而且使用很少量的液体助剂就足以使处理过的固体颗粒获得所希望的性能。

本发明的对象是使少量的液体均匀分布到细粉末的固体表面上的一种方法，其特征是：用一个或多个超声波喷嘴将所述液体喷到被处理的这些细粉末的固体上。此过程是在所述固体在混合器中被混合前或混合时，或者被混合前和被混合时进行的。

细粉末的固体粒子或粒度可以是任意的；如可将本发明的方法应用到粒料上、粉末上或粉尘上。

如将液体助剂用于除尘，也可粘住通过研磨(Abrieb)或破碎产生的细小粒子，因为在粒子表面上的液体助剂也起着粘合作用。但有效的是通过最佳的造粒和有目的地分离粉尘，例如通过筛分或过筛，在喷雾处理之前就已将粉尘减到最低限度。

可按本发明方法处理的细粉末固体物质有例如染料粒料，染料粉末，植物保护剂，药品，洗涤剂，洗涤剂添加剂，洗涤助剂，动物保健产品，陶瓷产品，种子，分散盐，分散物，食品，防腐剂和染发剂。

喷到细粉末固体物质上的液体可以是一种矿物油，一种植物油或植物油的混合物，最好是在室温下是液体的植物油、乙二醇、最好为二甘醇或己二醇、氧杂烷基化物(Qxal kylat)，最好为环氧乙烷聚合物，环氧丙烷聚合物或环氧乙烷—环氧丙烷嵌段共聚物，甘油，甘油醚，乙二醇醚，优选的为脂肪醇聚乙二醇，脂肪胺，例如二

乙基月桂基胺,或者是由一种或多种上述液体组成的混合物。

按本发明方法可用于进行喷雾的也可以是一种油—水乳剂,例如一种矿物油乳剂,一种融体(*Schmelze*),一种水溶液或一种适合于表面涂覆的化合物的分散体,例如一种丙烯酸酯,一种染料或者在一种或多种所述的液体中有催化作用的有效物质,也可用一种有机溶剂代替水,但从经济原因考虑,水是优选的。假如用分散剂喷雾,则被分散的固体物质的粒度必须小于 $500\mu\text{m}$,优选的必须小于 $100\mu\text{m}$,以防止超声波喷嘴被堵塞。例如将一种杀真菌的、抑制细菌的或杀虫的分散体或溶液喷到一种固体物质上,从而可防止菌类、细菌或害虫的侵害。

按本发明方法,最好作为水溶液喷雾的化合物的其它例子有:聚乙烯醇,羧基甲基纤维素,甲基纤维素,藻酸盐,醋酸纤维素,单氯醋酸乙酯,聚醋酸乙烯酯,聚偏氯乙烯,聚乙烯吡咯烷酮,抗氧化剂如抗坏血酸酯,抗刺激剂如脂肪酸烷基胺,抗静电剂如脂肪胺氧化物,食用香精(*Aromen*),荧光增白剂,浴用剂制的添加剂,螯合物结合剂如氨基聚羧酸,消毒剂,分散剂如大豆卵磷脂,药片包覆漆,阳离子或阴离子或非离子的无定形乳化剂如脂肪胺盐,乙氧基化或丙氧基化的脂肪醇,脂肪酸烷基酰胺,脂肪酸酯或脂肪酸,成膜剂,凝胶剂,气味覆盖剂,固发剂,树脂,防腐剂,缓蚀剂,卵磷脂,溶剂,润湿剂,脱泡剂,增甜剂,脱臭剂(脱硫醇等臭味),药片辅助剂,增稠剂,蜡,洗涤剂 and 增塑剂。

为本发明的目的,喷于细粉末固体表面上所需的液体量是所使用的细粉末固体物质重量的 0.001 至 15%(重量),优选的为 0.01 至 1%(重量)。可在 0 至 100℃ 温度下、优选的可在 20 至 40℃ 下涂覆液体助剂。可将上述液体助剂单独、互相混合或与水混合或与有机溶剂混合进行喷雾。涂覆液体助剂量比上述量大在技术上是可能的,但无实际意义,因为被这样处理过的疏松物料的松散性和流动性受到损害。

本发明的对象也是使少量液体均匀分布到细粉末固体物质表面上的一种设备,其特征是,将一个或多个超声波喷嘴与混合器配合。

常用的超声波雾化器可作为本发明中的超声波的喷嘴,其液体流量为 2g/h(克/小时)至 100kg/h 之间,优选的为 20g/h 至 800g/h 之间。

通常适合于本发明目的的超声波雾化器由三部份组成:一个振动器,一个电机互感器和一个用于待雾化的液体贮罐。在振动器中,产生的电波通过电机互感器用压电陶瓷元件产生机械振动。由此,喷雾液表面被激发成细小的毛细管波,并将液球缠紧、同时以平行的弹道轨迹掷出。为此液膜必须以一定的层厚被分布到雾化器表面上。无压力地进行液体制导。最大的喷雾量可达 100l/h(升/小时)。工作频率处于 20 至 100 千赫兹的较低超声波范围内。

超声波喷雾器具有各种结构形式,例如轴向的或循环式超声

波喷雾器。为本发明方法优选的为一种超声波轴向喷雾器，它可产生角度为 10 至 200°、优选为 10 至 50°、特别优选为 10 至 20° 的一种细长的全锥形液流，在频率为 20 至 100kHz、优选为 60kHz 工作时，产生一种液滴谱图，其谱图分布的相对或然率的最大值处于 15 至 25 μm 之间。

混合设备有机械的或气动的混合器。以不产生气泡也不吸入气泡的为优选的机械混合器。市售的混合器具有的形式是，疏松物料贮罐围绕一个或多个轴转动，例如轴筒式混合器、摇动混合器、一种双锥体混合器、或者一种 V 型混合器，贮罐可以是固定式的，同时通过运动的混合工具使固体物质混合，例如 Schugi—混合器、紊流式混合器或犁铧混合器，也有气动式混合器如一种空气混合混合器，这些均适用于本发明目的，特别优选为转筒混合器、紊流混合器和犁铧混合器。

混合器的操作方法可以是间歇式的或者有利的方式是连续的。

将超声波喷嘴安装在混合器入口，以便保持尽可能紧凑的结构。特别是连续式工作的混合器，其超声波喷嘴也可安装在进料管中，安在计量振动给料槽上，安在输送带上或者安在一个漏斗上，使其由上向下喷雾。特别是假如间歇操作，适用的是将超声波喷嘴安装在与混合设备和容器壁保持尽可能大距离的混合器内室中。

可通过一个产生适当压力的设备例如通过一台泵、优选的为一种软管连接泵、齿轮泵、活塞泵或者经过压力容器、通过静压压力

给超声波喷嘴输送处理液体。液体在无压力下流入喷嘴,而只需克服管道中的压力损失。

将待处理固体物质计量送到混合器中时,可采用例如一种振动输送机,螺杆输送机,转盘,转筒输送机,带式输送机,叶轮式输送机或一种其它的计量设备。

本发明的对象也是一种超声波喷嘴的应用。这种超声波喷嘴与一种混合设备相配合,以使少量液体均匀地分布到细粉末固体物质的表面上。

通过本发明的方法,有可能使需要的待喷雾的液体助剂量比现有技术需要的显著减少。因此可明显节省费用和使环境污染减少到最低限度。这些优点在至今常用的喷嘴上是未见到的。

将超声波喷嘴和常用的二元物质喷嘴的应用进行比较时,超声波喷嘴还有下列优点:

- 可消除喷雾器气体,从而防止了废空气问题;
- 超声波喷嘴与二元物料喷嘴不同,它在启动或停车时不会产生大的液滴;
- 由于超声波喷嘴可通过振动体使本身得到净化,故不会保留毛刺物;
- 最少量物料的较好分布有可能缩短混合时间,同时节省继续处理颗粒的费用,例如快溶性;
- 较好的分布导致产品质量和纯度的提高。

下列实施例用于说明本发明，但本发明并不受其限制。所有百分数数据是重量百分数。

“过滤值”的定义是染料的粉尘性能的一种评价。评价一个过滤器在一个容器排气管中的染污，其方法是，使 10g 颗粒染料从约 1m 高度通过一根下降管降落。这种种测试器已在染料制造厂家中被确认。过滤值 5 表示无灰尘，而 1 则表示有很多灰尘。（见 Berger—Schunn 等，*Melliand Textilberichte* 9(1989) 690—692 和 *Textilveredlung*, 24(1989), 227—289。在实施例中所用的超声波喷嘴是一种超声波轴向喷雾器，其结构总长度为 35mm，它所产生的液体射流为一种 15° 角的细长全锥形，在频率为 60KHz 工作，同时产生一种液滴谱，其相对或然率分配的最大值为 20 μ m。

实施例 1: 在一转筒式(zig-zag)混合器中的染料的除尘。

用乙二醇作除尘剂处理下表中所列的颗粒染料。所使用的染料已经干燥，造粒并在流体喷雾干燥器中经过筛分。

市售的转筒混合器已被从结构上作了改变。原有的刀形混合装置已被拆除。在此位置安装了一个超声波喷嘴。用一软管连接泵，以送料进喷嘴，这也是为了实现数量级为 10g/h 的小流量。用一台振动式输送机(约 100kg/h)、通过一适宜的管道将颗粒计量加到转筒式混合器中，混合器的转数为 0.32 转/秒。

喷嘴头部以及混合器的器壁的覆盖层是疏松的和干燥的。试验期间未形成这种覆盖层。

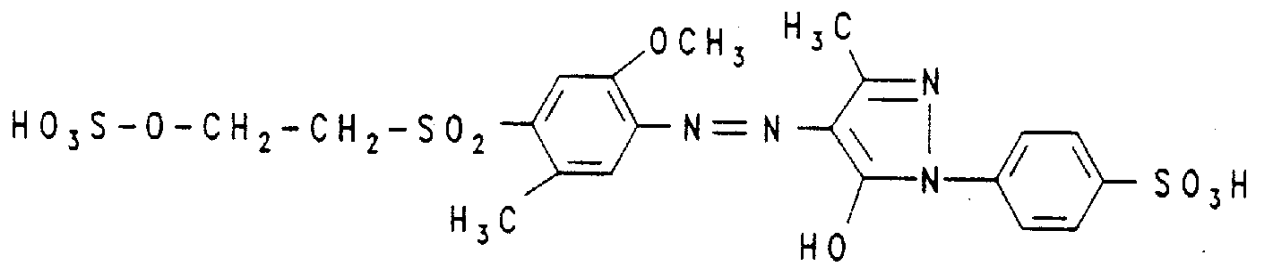
用在不同的时间在混合器的出口处取出的 10g 样品测定过滤值。意外地发现,同一种染料的多个样品的过滤值是相同的。这又证实了,可用很少量液体均匀地喷到粒料上。也不必筛去结块和团块。

按疏松物料的总重量计算出的下表中的己二醇量足以制备粉尘少至无粉尘的自由流动的颗粒物料:

表 1:用超声波喷嘴设备脱除染料的很粉尘

表 1

| 染料颗粒料 | 过滤值 | | 己二醇 含量 % | 通过超声波喷嘴 的流量 g/h |
|-------------------------------|--------|--------|----------------|-----------------------|
| | 前 喷 | 后 雾 | | |
| a 下列式子的染料 | 2 | 3 | 1.0 | 760 |
| b 从EP-A-0028788, 实施例1已知的染料 | 3 | 4.5 | 0.5 | 390 |
| c 活性蓝 19 | 3-4 | 5 | 0.011 | 20 |
| d 从EP-A-0032187, 实施例1已知的染料 | 3-4 | 5 | 0.011 | 20 |



对比实施例 1: 在一个 V—混合器中的圆盘式喷雾器。

a) 把由 EP—A—0032 187 和实施例 1 中已知的 3.5g 染料(经过造粒的)在一个 V—混合器中(10 升体积),用 1%的己二醇湿润。所使用的产品的过滤值为 2—3。液体经过一空心轴和通过处于二个已安装好的法兰之间的 0.2mm 的环形间隙进到容器中。轴以 15 转/秒的速度转动,容器以 0.5 转/秒的速度转动。轴上设有小的叶片刀,它的高转速下产生紊流并加速混合作用。V—混合器通过它的相似的结构与转筒式(zig zag)混合器有相同的混合方式。试验中形成几个 1cm 的团块。过滤值在处理后的 2—3,并不再有改善。混合时间以 3 至 12 分之间变动时,过滤值也未有明显的提高。

b) 在处理 C. I 反应兰 19—颗粒料时,如果进料量为 0.5%己二醇,虽然可避免团块形成,但过滤值只由 2—3 提高至 3,提高不多。

对比实施例 2: 在流化床中的二元物料喷嘴

用一个二元物料喷嘴通过将己二醇喷雾,把在面积为 0.3m²、高度为 0.11m(疏松物料高度为 0.07m)的流化床上各种染料颗粒湿润。其停留时间约为 20min, 气体进口温度为 26℃。固体物料流量为 30kg/h。为把过滤值由 3—4 提高到 5,对 C. I 反应兰 19 只需用 1.5%(重量)己二醇,而对由 EP—A—0032 187 已知染料需需用 2%(重量)己二醇(600g/h)。其松散性比按实施例 1 处理时明显差。而所需己二醇的用量比按实施例 1 用超声波喷嘴要大好几

倍。

对比实施例 3: 在一转筒式(zig zag)混合器中的二元物料喷嘴
在与实施例 1 相同的装置中将 C. I 反应兰 19 用 Schlick 公司
的一种二元物料喷嘴以及在进一步的试验中用 Lechler 公司的一
种二元物料喷嘴用己二醇进行除尘。为使过滤值达到 5, 需要 0.
024%(0.055kg/h)的涂油度。涂油量比用超声波喷嘴的大一倍(见
表 1)。

市售的二元物料喷嘴的缺点是, 待喷雾的液体与喷雾气体一
起从疏松物料中、特别是从细粉末的疏松物料中被带走。

实施例 2: 用一种融体在一个下降管中对染料除尘

喷雾是在一个无振动变流器的 8 吋转筒式(zig zag)一混合器
中用一个超声波喷嘴进行的。为达到均匀的出料和混合, 混合器在
进料侧提高 2.4°。喷嘴安装在混合器滚筒前的垂直导管中, 在弯头
上部约 100cm 的进口处。

用一种熔点超过 60°C 的脂族醇聚乙二醇醚对一种活性颗粒染
料除尘。在转数为 0.32 转/秒和颗粒料流量约为 80kg/h 的条件下,
将温度为 90°C 的脂族醇聚乙二醇醚以 20 克/小时的速度加入。在
转筒式(zig zag)一混合器中经过一所谓的热除尘后, 将产品在
65°C 下排出。过滤值由 3 提高到 4, 也就是说获得了一种实际上无
灰尘的颗粒料。