



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪

⑪ CH 647 160 A5

⑤① Int. Cl. 4: B 01 J 2/18

// B 22 F 9/06, C 08 J 3/12

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑳ Gesuchsnummer: 6055/81

㉔ Anmeldungsdatum: 18.09.1981

㉓ Priorität(en): 19.09.1980 DE 3035331

㉒ Patent erteilt: 15.01.1985

㉑ Patentschrift
veröffentlicht: 15.01.1985

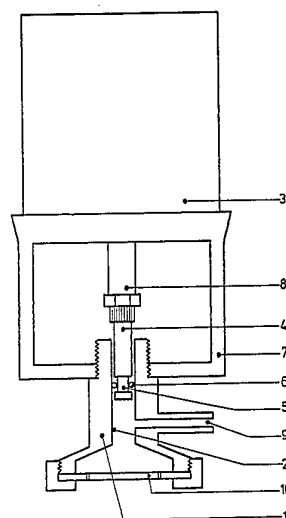
㉑ Inhaber:
Nukem GmbH, Hanau 11 (DE)

㉒ Erfinder:
Jakobs, Heinrich, Rodenbach 1 (DE)
Kadner, Martin, Maintal 1 (DE)
Kunschke, Gerald, Rodenbach (DE)
Wehner, Erwin, Dr., Neu-Isenburg (DE)

㉓ Vertreter:
Bovard AG, Bern 25

⑤④ **Vorrichtung zur Herstellung kugelförmiger Teilchen.**

⑤⑦ In der Vorrichtung werden Schmelzen, bzw. Flüssigkeiten durch einen Giesskopf (1) mit seitlicher Zuführung (9) und einem Vibrator (3) in Tropfen umgewandelt und verfestigt. Der Giesskopf (1) ist oberhalb der seitlichen Zuführung (9) zylindrisch geformt und enthält in diesem zylindrischen Teil (2) einen mit einem Vibrator (3) verbundenen Kolben (4). Dessen Durchmesser ist 0,1 bis 1 mm kleiner als der Zylinderdurchmesser und er enthält eine vertiefte ringförmige Führungsfläche (5), auf der sich ein O-ring (6) auf und ab bewegen kann. Die so erzeugten Tropfen haben eine gleichmässige Teilchenform und -grösse. Mit der Vorrichtung werden hohe Durchsätze ermöglicht.



Vorrichtung zur Herstellung von kugelförmigen Teilchen mit einem Durchmesser zwischen 50 und 2500 μm und einem engen Kornspektrum aus geschmolzenen Substanzen oder aus Lösungsmitteln mit darin gelösten, dispergierten oder emulgierten Stoffen, durch Umwandlung der Schmelzen bzw. Flüssigkeiten in Tropfen und Verfestigung zu sphärischen Teilchen, im wesentlichen bestehend aus einem Giesskopf, einer seitlichen Zuführung für die Giessflüssigkeit und einem Vibrationssystem zur Erzeugung der Tropfen, dadurch gekennzeichnet, dass der oberhalb der seitlichen Zuführung (9) befindliche Teil des Giesskopfes (1) zylindrisch geformt ist und sich in diesem Zylinder (2) ein mit einem Vibrator (3) verbundener Kolben (4) befindet, dessen Durchmesser 0,1 bis 1 mm kleiner ist als der Zylinderdurchmesser, und dass der Kolben (4) eine vertiefte ringförmige Führungsfläche (5) besitzt, auf der sich ein O-Ring (6) auf und ab bewegen kann, dessen äusserer Durchmesser dem Zylinder (2) und dessen innerer Durchmesser dem Durchmesser der Führungsfläche (5) auf dem Kolben (4) angepasst sind.

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung zur Herstellung von kugelförmigen Teilchen mit einem Durchmesser zwischen 50 und 2500 μm und einem engen Kornspektrum aus geschmolzenen Substanzen oder aus Lösungsmitteln mit darin gelösten, dispergierten oder emulgierten Stoffen, durch Umwandlung der Schmelzen bzw. Flüssigkeiten in Tropfen und Verfestigung zu sphärischen Teilchen, im wesentlichen bestehend aus einem Giesskopf, einer seitlichen Zuführung für die Giessflüssigkeit und einem Vibratorsystem zur Erzeugung von Tropfen. Die kugelförmigen Teilchen finden vor allen Dingen in der chemischen und pharmazeutischen Industrie Anwendung.

Es ist bekannt, kugelförmige Teilchen mit Durchmessern zwischen 200 und 800 μm für die Nukleartechnik aus Lösung von Schwermetallsalzen wie z.B. Uran oder Thorium herzustellen. Zur Gewährleistung der Stabilität im Reaktoreinsatz müssen diese Teilchen dabei ein sehr enges Kornspektrum und eine optimale Kugelform haben (DE-AS Nr. 2459445).

In der deutschen Auslegeschrift Nr. 2725924 wird ein Verfahren zur Herstellung von kleinen kugelförmigen Teilchen aus schmelzbaren Substanzen mit darin enthaltenen Wirkstoffen für die pharmazeutische Industrie beschrieben.

Für diese Anwendungsweise ist ein gleichmässiges Kornspektrum zur Steuerung der Wirkstoffabgabe bei der Anwendung erforderlich. Durch die Grösse der Teilchen wird die Abgaberate bestimmt. Sie kann aus diesem Grund bis zu 2500 μm betragen. Ausserdem werden für Tiernahrung einheitliche Teilchen verlangt, die bei entsprechender Wahl der Trägersubstanz eine Freisetzung von Wirkstoffen erst in bestimmten Teilen des Verdauungstraktes bewirken.

Die bisher bekannten Vorrichtungen zur Herstellung kugelförmiger Teilchen sind für diesen Anwendungsbereich weniger gut geeignet. So wurde beispielsweise vorgeschlagen, kugelförmige Teilchen, speziell Brenn- und/oder Brutstoffteilchen, mittels eines die Zufussleitung vor einer Düse periodisch absperrenden Absperrorgans zu erzeugen, so dass der Düse immer nur soviel Flüssigkeit zugeführt wird, wie für die Bildung eines Tropfens nötig ist (deutsche Auslegeschrift Nr. 2411745). Das Absperrorgan ist ein konisch zugespitzter Kolben, der über einen Kurbelantrieb von einem Elektromotor angetrieben wird. Neben der notwendigen Lagerung der Schubstange ist ein weiterer Nachteil die Begrenzung der maximalen Frequenz durch die Drehzahl des Elektromotors.

Weiterhin ist bekannt, durch Vibration eines Spinddüsenkopfes bei Frequenzen zwischen 4000 und 8000 Hz Brennstoffkügelchen herzustellen (deutsche Offenlegungsschrift Nr. 2221644). Mit dieser

Vorrichtung sind allerdings nur Teilchendurchmesser kleiner als 300 μm zu erreichen.

In der britischen Patentschrift Nr. 813146 wird vorgeschlagen, mit einer Membran, die in der Wand einer mit Flüssigkeit gefüllten Kammer sitzt, nach dem Prinzip einer Pumpe durch Pulsation der Membran mit 50 bis 150 Hz aus Düsen am Boden der Kammer die Flüssigkeit ruckweise auszustossen. Dazu muss die Membran ständig eine exakt dem ausgestossenen Volumen entsprechende wechselweise Volumensänderung in der Kammer bewirken. Quantitative Angaben über das erreichbare Kornspektrum werden nicht gemacht. Hohe Frequenzen sind mit einem Pumpvorgang schlecht beherrschbar. Ein weiterer Nachteil dieser Vorrichtung ist der minimale Tropfendurchmesser von 2,381 mm. Eine weitere bekannte Vorrichtung benutzt die Vibration der Trägerrohre von Spinddüsenköpfen zur Erzeugung von Amoniumnitratteilchen (US-PS Nr. 2968833). Mit diesem Verfahren können jedoch keine Teilchen unter 1,5 mm erzeugt werden. Allgemein ergeben sich bei vibrierenden Düsen keine rein kugelförmigen Teilchen mit engem Kornspektrum.

In der deutschen Auslegeschrift Nr. 2725849 wird das Erzeugen von Tropfen in gleichmässigem Spektrum beschrieben. Die zum gleichmässigen Aufreissen des flüssigen Strahls erforderlichen Schwingungen werden durch ein periodisches Quetschen des Schlauches kurz vor der Düse auf die Giesslösung aufgebracht. Die gebildeten Flüssigkeitströpfchen werden in einer Fallstrecke durch physikalische oder chemische reaktion verfestigt und in einem Sammelbehälter aufgefangen. Mit dieser Vorrichtung können jedoch nur Flüssigkeiten mit einer Viskosität bis ca. 70 cPo verarbeitet werden, ausserdem ist eine Kapazitätssteigerung dadurch erschwert, dass die Zuführung jeder Düse einzeln vibriert wird.

Aus wirtschaftlichen Gründen wird eine Anlage zur Herstellung gleichmässiger sphärischer Teilchen mit hohem Durchsatz gefordert. Bei einer Teilchengrösse von 1000 μm und einer Frequenz von 500 Hz ergibt sich pro Düse und Stunde beispielsweise ein Durchsatz von 942,5 ml. Bei einer Teilchengrösse von 500 μm jedoch verringert sich bei gleichen Bedingungen der Durchfluss auf 117,8 ml. Um bei diesen niedrigen Werten eine wirtschaftliche Produktion von gleichmässigen sphärischen Teilchen zu erreichen, ist eine Anlage mit trotz hoher Düsenzahl möglichst geringem regeltechnischen Aufwand erforderlich.

Es war daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Vorrichtung zur Herstellung von kugelförmigen Teilchen mit einem Durchmesser zwischen 50 und 2500 μm und einem engen Kornspektrum aus geschmolzenen Substanzen mit darin gelösten oder suspendierten Wirkstoffen oder aus Lösungsmitteln mit darin gelösten, dispergierten oder emulgierten Stoffen, durch Umwandlung der Schmelzen bzw. Flüssigkeiten in Tropfen und Verfestigung zu sphärischen Teilchen zu finden, bestehend im wesentlichen aus einem Giesskopf, einer seitlichen Zuführung für die Giessflüssigkeit und einem Vibrationssystem zur Erzeugung von Tropfen, die eine gleichmässige Teilchenform und -grösse sowie hohe Durchsätze ermöglichen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss dadurch gelöst, dass der oberhalb der seitlichen Zuführung befindliche Teil des Giesskopfes zylindrisch geformt ist und sich in diesem Zylinder ein mit einem Vibrator verbundener Kolben befindet, dessen Durchmesser 0,1 bis 1 mm kleiner ist als der Zylinderdurchmesser und dass der Kolben eine vertiefte ringförmige Führungsfläche besitzt, auf der sich ein O-Ring auf und ab bewegen kann, dessen äusserer Durchmesser dem Zylinder und dessen innerer Durchmesser dem Durchmesser der Führungsfläche auf dem Kolben angepasst sind.

Eine besonders vorteilhafte Ausführungsform der erfindungsgemässen Vorrichtung ist schematisch in der einzigen Figur dargestellt. Die Vorrichtung besteht aus einem Giesskopf 1 mit einer seitlichen Zuführung 9 für die Giessflüssigkeit und einer mittels einer Überwurfmutter befestigten Düsenplatte 10. Der obere Teil 2 des Giesskopfes ist zylindrisch geformt und dient als Führungskanal eines Kolbens 4. Der Durchmesser des Kolbens 4 ist 0,1 bis 1 mm kleiner

als der des Zylinders 2. Ein wesentlicher Teil der Erfindung besteht in einer ringförmigen Vertiefung 5 am unteren Ende des Kolbens 4, die als Führungsfläche für einen vertikal beweglichen O-Ring 6 dient, der durch seine Abmessungen den Ringspalt zwischen Kolben 4 und Zylinder 2 schliesst. Mit einer Laterne 7 ist der Giesskopf 1 am Gehäuse eines Vibrators 3 befestigt. Durch den Vibrator 3, mit dem der Kolben 4 über einen Stössel 8 gekoppelt ist, wird der Kolben 4 in der Frequenz analogen vertikale Schwingungen versetzt. Wenn der Giesskopf 1 mit Giesslösung gefüllt ist, so wird die durch eine Kolbenbewegung verursachte Volumensänderung im Giesskopf 1 durch eine gegenläufige Bewegung des O-Ringes 6 ausgeglichen, so dass das Volumen im Giesskopf 1 trotz der Kolbenbewegung konstant bleibt, in der Giesslösung aber eine Schwingung mit der erregten Frequenz erzeugt wird. Wird jetzt auf die zugeführte Giesslösung ein Druck, pneumatisch oder hydrostatisch, aufgebracht, so fliesst sie strahlförmig durch die Düsen in der Düsenplatte 10 aus und reisst entsprechend der aufgetragenen Frequenz in gleichmässige Tröpfchen auf.

Ein wesentlicher Vorteil der Erfindung ist darin zu sehen, dass durch den volumenausgleichenden O-Ring 6 die Amplitude der Schwingung unabhängig von einer Volumensförderung gewählt werden kann, so dass die erzeugte Tropfengrösse nur von der Frequenz der Schwingung und der eingestellten Durchflussmenge, nicht aber von einer Volumensverdrängung durch das Vibrationssystem abhängt.

Die Frequenz der Schwingung lässt sich je nach Bedarf zwischen 50 und 2500 Hz regeln. Mit dieser Vorrichtung lassen sich in Verbin-

dung mit der Düsenplatte sehr hohe Durchsätze auch bei Teilchen mit kleineren Durchmessern erreichen. So ist z.B. mit einer Düsenplatte, die zehn gleichmässige Bohrungen enthält, bei der Produktion von 1000 μm grossen Teilchen bei einer Frequenz von 500 Hz ein Durchsatz von 9,4 l/h möglich. Besonders vorteilhaft ist hierbei die Versorgung aller Düsen durch eine Zuleitung, was regeltechnisch vereinfachend ist, da es die Anfälligkeit der Einzeldüsen gegen geringe Durchflussschwankungen erheblich verringert.

Je nach Einstellung von Frequenz und Durchfluss lassen sich 10 uniforme kugelförmige Teilchen mit Durchmessern zwischen 50 und 2500, vorzugsweise 250 bis 2000 μm , herstellen.

Überraschenderweise zeigte sich dabei, dass mit dieser Vorrichtung Flüssigkeiten, Suspensionen oder Schmelzen mit deutlich höherer Viskosität als mit bisher bekannten Anlagen mit vergleichbarer Leistung vergossen werden konnten. Beispielsweise wurden 15 hochviskose Polyethylenglykole, die mit bisher bekannten Anlagen mit vergleichbarer Leistung nicht durchgesetzt werden konnten, da eine definierte Tropfenbildung nicht zu erreichen war, mit dieser Vorrichtung einwandfrei zu diskreten Tröpfchen verarbeitet.

20 Mit der erfindungsgemässen Vorrichtung erhält man aus Lösungen, die chemisch oder physikalisch verfestigt werden können, einheitliche Teilchen mit exakter Kugelform und engem Kornspektrum in hohen Durchsätzen. Mit der Vorrichtung kann eine Durchmesser- verteilung mit 4% Standardabweichung vom Mittelwert und eine 25 sehr geringe Unrundheit, wobei 99% der Teilchen ein kleineres Durchmesser Verhältnis (Quotient $d_{\text{max}} : d_{\text{min}}$) als 1,10 besitzen, erreicht werden.

