

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
24. April 2008 (24.04.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/046727 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
B02C 19/06 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/060306

(22) Internationales Anmeldedatum:
28. September 2007 (28.09.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2006 048 850.4
16. Oktober 2006 (16.10.2006) DE

(74) Gemeinsamer Vertreter: EVONIK DEGUSSA GMBH;
Dg-ipm-pat, Postcode 84/339, Rodenbacher Chaussee 4,
63457 Hanau (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): EVONIK DEGUSSA GMBH [DE/DE]; Bennigsenplatz 1, 40474 Düsseldorf (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): MEIER, Karl [DE/DE]; Roisdorfer Weg 5, 53347 Alfter (DE). BRINKMANN, Ulrich [DE/DE]; Kantstr. 34, 53332 Bornheim (DE). PANZ, Christian [DE/DE]; Weser Str. 39, 50389 Wesseling-berzdorf (DE). MISSELICH, Doris [DE/DE]; Seestrasse 24, 50374 Erftstadt (DE). GÖTZ, Christian [DE/DE]; Langenbachstr. 26, 53113 Bonn (DE).

(84) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts



WO 2008/046727 A2

(54) Title: AMORPHOUS SUBMICRON PARTICLES

(54) Bezeichnung: AMORPHE SUBMICRON PARTIKEL

(57) Abstract: The invention relates to a novel method for the comminution of amorphous chemical solids such that particles having a mean particle diameter of $d_{50} < 1.5 \mu\text{m}$ are obtained. The invention also relates to the use of the comminuted solids in coating systems.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Zerkleinerung amorpher chemischer Feststoffe, so dass Partikel mit einem mittleren Partikeldurchmesser $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$ entstehen, sowie die Verwendung der zerkleinerten Feststoffe in Beschichtungssystemen.

Amorphe submicron Partikel

Die Erfindung betrifft pulverförmige amorphe Feststoffe mit einer sehr kleinen mittleren Partikelgröße sowie einer engen Partikelgrößenverteilung, ein Verfahren zu deren Herstellung, 5 sowie deren Verwendung.

Stand der Technik

Feinteilige, amorphe Kieselsäure und Silikate werden seit Jahrzehnten industriell hergestellt. In der Regel wird die Feinstvermahlung in Spiral- oder Gegenstrahlmühlen mit 10 komprimierter Luft als Mahlgas durchgeführt, z.B. EP 0139279.

Es ist bekannt, dass der erreichbare Partikeldurchmesser proportional der Wurzel des Kehrwertes der Stoßgeschwindigkeit der Partikel ist. Die Stoßgeschwindigkeit wiederum wird durch die Strahlgeschwindigkeit der expandierenden Gasstrahlen des 15 jeweiligen Mahlmediums aus den verwendeten Düsen vorgegeben. Aus diesem Grund kann zur Generierung sehr kleiner Partikelgrößen bevorzugt überhitzter Dampf eingesetzt werden, da das Beschleunigungsvermögen von Dampf ca. 50 % größer ist als das von Luft. Die Verwendung von Wasserdampf hat aber den 20 Nachteil, dass es insbesondere während des Anfahrens der Mühle zu Kondensationen im gesamten Mahlsystem kommen kann, was in der Regel die Bildung von Agglomeraten und Krusten während des Mahlvorgangs zur Folge hat.

Die bei Einsatz konventioneller Strahlmühlen bei der Vermahlung 25 amorpher Kieselsäure, Silikate oder Silicagelen erzielten mittleren Partikeldurchmesser d_{50} lagen daher bisher deutlich oberhalb 1 μm . So wird z. B. in der US 3,367,742 ein Verfahren zur Vermahlung von Aerogelen beschrieben, bei dem Aerogele mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 1,8 bis 2,2 μm erhalten 30 werden. Eine Vermahlung bis auf mittlere Partikeldurchmesser kleiner 1 μm ist mit dieser Technik jedoch nicht möglich. Ferner weisen die Partikel der US 3,367,742 eine breite

Partikelgrößenverteilung mit Partikeldurchmessern von 0,1 bis 5,5 μm und einem Anteil an Partikeln $> 2 \mu\text{m}$ von 15 bis 20 % auf. Ein hoher Anteil an großen Teilchen, d. h. $> 2 \mu\text{m}$, ist für Anwendungen in Beschichtungssystemen nachteilig, da dadurch
5 keine dünnen Schichten mit glatter Oberfläche hergestellt werden können. In der US 2,856,268 wird die Mahltrocknung von Silicagelen in Dampfstrahlmühlen beschrieben. Die dabei erzielten mittleren Partikeldurchmesser lagen jedoch deutlich über 2 μm .

10 Eine alternative Vermahlungsmöglichkeit stellt die Naßzerkleinerung, z. B. in Kugelmühlen, dar. Sie führt zu sehr feinteiligen Suspensionen der zu vermahlenden Produkte, siehe z. B. WO 200002814. Es ist mit Hilfe dieser Technologie nicht
15 möglich ein feinteiliges, agglomeratfreies Trockenprodukt, insbesondere ohne Änderung der porosimetrischen Eigenschaften, aus diesen Suspensionen zu isolieren.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher neuartige feinteilige, pulverförmige, amorphe Feststoffe, sowie ein Verfahren zu deren Herstellung bereitzustellen.

20 Weitere nicht näher spezifizierte Aufgaben ergeben sich aus dem Gesamtzusammenhang der Beschreibung sowie der Ansprüche und Beispiele.

Die Erfinder haben überraschend herausgefunden, dass es möglich ist, amorphe Feststoffe mittels eines sehr speziellen, in den
25 Ansprüchen 1 bis 19 näher spezifizierten Verfahrens bis auf eine mittlere Partikelgröße d_{50} von kleiner als 1,5 μm zu vermahlen und zudem eine sehr enge Partikelverteilung zu erreichen.

Die Aufgabe wird somit durch das in den Ansprüchen und der
30 nachfolgenden Beschreibung näher spezifizierte Verfahren sowie die dort näher spezifizierten amorphen Feststoffe gelöst.

3

Gegenstand der Erfindung ist folglich ein Verfahren zur Vermahlung amorpher Feststoffe mittels eines Mahlsystem (Mahlapparatur), bevorzugt umfassend eine Strahlmühle, dadurch gekennzeichnet, dass die Mühle in der Mahlphase mit einem Betriebsmittel, ausgewählt aus einer Gruppe, die aus Gas und/oder Dampf, bevorzugt Wasserdampf, und/oder einem Gas enthaltend Wasserdampf, besteht, betrieben wird und dass der Mahlraum in einer Aufheizphase, d. h. vor dem eigentlichen Betrieb mit dem Betriebsmittel, derart aufgeheizt wird, dass die Temperatur im Mahlraum und/oder am Mühlenausgang höher als der Taupunkt des Dampfes und/oder Betriebsmittel liegt.

Gegenstand sind weiterhin amorphe Feststoffe mit einer mittleren Partikelgröße $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{99} -Wert $< 2 \mu\text{m}$.

Bei den amorphen Feststoffen kann es sich um Gele aber auch um solche mit andersartiger Struktur wie z. B. Partikel aus Agglomeraten und/oder Aggregaten handeln. Bevorzugt handelt es sich um Feststoffe enthaltend oder bestehend aus zumindest einem Metall und/oder zumindest einem Metalloxid, insbesondere um amorphe Oxide von Metallen der 3. und 4. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente. Dies gilt sowohl für die Gele als auch für die sonstigen amorphen Feststoffe, insbesondere solche enthaltend Partikel aus Agglomeraten und/oder Aggregaten. Besonders bevorzugt sind gefällte Kieselsäuren, pyrogene Kieselsäuren, Silikate und Silicagele, wobei Silicagele sowohl Hydro- als auch Aero- als auch Xerogegele umfassen.

Weiterhin ist Gegenstand der vorliegenden Erfindung die Verwendung der erfindungsgemäßen amorphen Feststoffe mit einer mittleren Partikelgröße $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{99} -Wert $< 2 \mu\text{m}$, z. B. in Oberflächenbeschichtungssystemen.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es erstmals gelungen, pulverförmige amorphe Feststoffe mit einer mittleren Partikelgröße $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$ sowie einer engen

Partikelgrößenverteilung, ausgedrückt durch den d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$ und/oder den d_{99} -Wert $< 2 \mu\text{m}$, herzustellen.

Die Vermahlung von amorphen Feststoffen, insbesondere solchen enthaltend ein Metall und/oder Metalloxid, z. B. von Metallen
5 der 3. und 4. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente, wie z. B. gefällten Kieselsäuren, pyrogenen Kieselsäuren, Silikaten und Silicagelen, zur Erreichung solch kleiner mittlerer Partikelgrößen war bislang nur mittels Nassvermahlung möglich. Dadurch konnten jedoch nur Dispersionen erhalten werden. Die
10 Trocknung dieser Dispersionen führte zu Reagglomeration der amorphen Partikel, so dass der Effekt der Vermahlung teilweise wieder rückgängig gemacht wurde und mittlere Partikelgrößen $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$ sowie Partikelgrößenverteilung d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$ bei den getrockneten, pulverförmigen Feststoffen nicht erreicht werden
15 konnten. Im Falle der Trocknung von Gelen wurde zudem die Porosität negativ beeinflusst.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist gegenüber den Verfahren des Standes der Technik, insbesondere der Naßvermahlung, den
20 Vorteil auf, dass es sich um eine Trockenvermahlung handelt, welche direkt zu pulverförmigen Produkten mit sehr kleiner mittlerer Partikelgröße führt, die besonders vorteilhaft auch noch eine hohe Porosität aufweisen können. Das Problem der Reagglomeration bei der Trocknung entfällt, da kein der Vermahlung nachgeschalteter Trocknungsschritt notwendig ist.

25 Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens in einer seiner bevorzugten Ausführungsformen ist darin zu sehen, dass die Vermahlung gleichzeitig mit der Trocknung erfolgen kann, so dass z. B. ein Filterkuchen direkt weiterverarbeitet werden kann. Dies erspart einen zusätzlichen Trocknungsschritt und
30 erhöht gleichzeitig die Raum-Zeit-Ausbeute.

In seinen bevorzugten Ausführungsformen weist das erfindungsgemäße Verfahren zudem den Vorteil auf, dass beim Hochfahren des Mahlsystems keine oder nur sehr geringe Mengen an Kondensat im Mahlsystem, insbesondere in der Mühle

entstehen. Beim Abkühlen kann getrocknetes Gas verwendet werden. Dadurch entsteht auch beim Abkühlen kein Kondensat im Mahlsystem und die Abkühlphase wird deutlich verkürzt. Die effektiven Maschinenlaufzeiten können somit erhöht werden.

5 Schließlich wird dadurch, dass kein oder nur sehr wenig Kondensat beim Anfahren in dem Mahlsystem gebildet wird, verhindert, dass ein bereits getrocknetes Mahlgut wieder nass wird, wodurch die Bildung von Agglomeraten und Krusten während des Mahlvorgangs verhindert werden kann.

10 Die mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellten, amorphen pulverförmigen Feststoffe weisen aufgrund der sehr speziellen und einzigartigen mittleren Partikelgrößen und Partikelgrößenverteilungen besonders gute Eigenschaften beim Einsatz in Oberflächenbeschichtungssystemen z. B. als
15 Rheologiehilfsmittel, in Papierbeschichtung und in Farben bzw. Lacken auf.

Die erfindungsgemäßen Produkte erlauben es z. B. aufgrund der sehr kleinen mittleren Partikelgröße und insbesondere des niedrigen d_{90} -Wertes und d_{99} -Wertes, sehr dünne Beschichtungen
20 herzustellen.

Die vorliegende Erfindung wird nachfolgend im Detail beschrieben. Zuvor werden einige in der Beschreibung, wie auch in den Ansprüchen verwendete Begriffe definiert.

Die Begriffe Pulver und pulverförmige Feststoffe werden im
25 Rahmen der vorliegenden Erfindung synonym verwendet und bezeichnen jeweils fein zerkleinerte, feste Substanzen aus kleinen trockenen Partikeln, wobei trockene Partikel dabei bedeutet, dass es sich um äußerlich trockene Partikel handelt. Diese Partikel weisen zwar in der Regel einen Wassergehalt auf,
30 dieses Wasser ist jedoch so fest an die Partikel bzw. in deren Kapillaren gebunden, dass es bei Raumtemperatur und Atmosphärendruck nicht freigegeben wird. Mit anderen Worten, es handelt sich um mit optischen Methoden wahrnehmbare

partikelförmige Stoffe und nicht um Suspensionen oder Dispersionen. Ferner kann es sich dabei sowohl um oberflächenmodifizierte als auch um nicht oberflächenmodifizierte Feststoffe handeln. Die

5 Oberflächenmodifikation erfolgt bevorzugt mit Kohlenstoff enthaltenden Coatingmitteln und kann sowohl vor als auch nach der Vermahlung erfolgen.

Die erfindungsgemäßen Feststoffe können als Gel oder als Partikel enthaltend Agglomerate und/oder Aggregate vorliegen.

10 Gel bedeutet, dass die Feststoffe eine aus einem stabilen, dreidimensionalen, bevorzugt homogenen Netzwerk von Primärpartikeln aufgebaut sind. Beispiele hierfür sind Silicagele.

Partikel enthaltend Aggregate und/oder Agglomerate im Sinne der
15 vorliegenden Erfindung weisen kein dreidimensionales Netzwerk bzw. zumindest kein über die ganzen Partikel erstrecktes Netzwerk von Primärpartikeln auf. Stattdessen weisen sie Aggregate und Agglomerate von Primärpartikeln auf. Beispiele hierfür sind Fällungskieselsäuren und pyrogene Kieselsäuren.

20 Eine Beschreibung des Strukturunterschieds von Silicagelen im Vergleich zu gefällttem SiO₂ findet sich in Iler R. K., „The Chemistry of Silica“, 1979, ISBN 0-471-02404-X, Kapitel 5, Seite 462 sowie dort in Figur 3.25. Der Inhalt dieser Druckschrift wird hiermit ausdrücklich mit in die Beschreibung
25 dieser Erfindung einbezogen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird in einem Mahlsystem (Mahlapparatur), bevorzugt in einem Mahlsystem umfassend eine Strahlmühle, besonders bevorzugt umfassend eine Gegenstrahlmühle ausgeführt. Dazu wird ein zu zerkleinerndes
30 Aufgabegut in expandierenden Gasstrahlen hoher Geschwindigkeit beschleunigt und durch Partikel-Partikel-Stöße zerkleinert. Als Strahlmühlen werden ganz besonders bevorzugt Fließbettgegenstrahlmühlen oder Dichtbettstrahlmühlen oder Spiralstrahlmühlen verwendet. Im Falle der ganz besonders

bevorzugten Fließbettgegenstrahlmühle befinden sich im unteren Drittel der Mahlkammer zwei oder mehr Mahlstrahleinlässe, bevorzugt in Form von Mahldüsen, welche sich bevorzugt in einer horizontalen Ebene befinden. Die Mahlstrahleinlässe sind
5 besonders bevorzugt so am Umfang des bevorzugt runden Mühlenbehälters angeordnet, dass sich die Mahlstrahlen alle an einem Punkt im Inneren des Mahlbehälters treffen. Insbesondere bevorzugt sind die Mahlstrahleinlässe gleichmäßig über den Umfang des Mahlbehälters verteilt. Im Falle von drei
10 Mahlstrahleinlässe würde der Abstand somit jeweils 120° betragen.

In einer speziellen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens umfaßt das Mahlsystem (Mahlapparatur) einen Sichter, bevorzugt einen dynamischen Sichter, besonders bevorzugt einen
15 dynamischer Schaufelradsichter, insbesondere bevorzugt einen Sichter gemäß Abbildung 2 und 3.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird ein dynamischer Windsichter gemäß Abbildung 2a und 3a verwendet. Dieser dynamische Windsichter enthält ein Sichtrad und eine
20 Sichtradwelle sowie ein Sichtergehäuse, wobei zwischen dem Sichtrad und dem Sichtergehäuse ein Sichterspalt und zwischen der Sichtradwelle und dem Sichtergehäuse eine Wellendurchführung gebildet ist, und ist dadurch gekennzeichnet, dass eine Spaltspülung von Sichterspalt
25 und/oder Wellendurchführung mit komprimierten Gasen niedriger Energie erfolgt.

Durch die Verwendung eines Sichters in Kombination mit der unter den erfindungsgemäßen Bedingungen betriebenen Strahlmühle erfolgt eine Begrenzung des Oberkorns, wobei die gemeinsam mit
30 den entspannten Gasstrahlen aufsteigenden Produktpartikel aus dem Zentrum des Mahlbehälters durch den Sichter geleitet werden und anschließend das Produkt, das eine ausreichende Feinheit aufweist, aus dem Sichter und aus der Mühle ausgeführt wird. Zu grobe Partikel gelangen zurück in die Mahlzone und werden einer
35 weiteren Zerkleinerung unterworfen.

Im Mahlsystem kann ein Sieb als separate Einheit der Mühle nachgeschaltet werden, bevorzugt wird jedoch ein integrierter Sieb verwendet.

- Ein wesentliches Merkmal des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass dem eigentlichen Mahlschritt eine Aufheizphase vorangeschaltet ist, in der sichergestellt wird, dass der Mahlraum, besonders bevorzugt alle wesentlichen Bauteile der Mühle und/oder des Mahlsystems, an denen Wasser und/oder Wasserdampf kondensieren könnte, derart aufgeheizt wird/werden, dass dessen/deren Temperatur oberhalb des Taupunktes des Dampfes liegt. Das Aufheizen kann im Prinzip durch jede Heizmethode erfolgen. Bevorzugt erfolgt die Aufheizung jedoch dadurch, dass heißes Gas durch die Mühle und/oder das ganze Mahlsystem geleitet wird, so dass die Temperatur des Gases am Mühlenausgang höher ist als der Taupunkt des Dampfes. Dabei wird besonders bevorzugt darauf geachtet, dass das heiße Gas bevorzugt alle wesentlichen Bauteile der Mühle und/oder des ganzen Mahlsystems, die mit dem Wasserdampf in Verbindung kommen, hinreichend aufheizt.
- 20 Als Heizgas kann prinzipiell jedes beliebige Gas und/oder Gasgemische verwendet werden, bevorzugt werden jedoch heiße Luft und/oder Verbrennungsgase und/oder Inertgase verwendet. Die Temperatur des heißen Gases liegt über dem Taupunkt des Wasserdampfes.
- 25 Das heiße Gas kann prinzipiell beliebig in den Mahlraum eingeführt werden. Vorzugsweise befinden sich dafür im Mahlraum Einlässe bzw. Düsen. Bei diesen Einlässen bzw. Düsen kann es sich um dieselben Einlässe bzw. Düsen handeln, durch die während der Mahlphase auch die Mahlstrahlen geleitet werden (Mahldüsen). Es ist aber auch möglich, dass im Mahlraum separate Einlässe bzw. Düsen (Heizdüsen) vorhanden sind, durch die das heiße Gas und/oder Gasgemisch eingeleitet werden kann. In einer bevorzugten Ausführungsform wird das Heizgas bzw. Heizgasgemisch durch zumindest zwei, bevorzugt drei oder mehr in einer Ebene angeordnete Einlässe bzw. Düsen eingeführt,

welche so am Umfang des bevorzugt runden Mühlenbehälters angeordnet, dass sich die Strahlen alle an einem Punkt im Inneren des Mahlbehälters treffen. Insbesondere bevorzugt sind die Einlässe bzw. Düsen gleichmäßig über den Umfang des
5 Mahlbehälters verteilt.

Während der Vermahlung wird durch die Mahlstrahleinlässe, bevorzugt in Form von Mahldüsen, als Betriebsmittel ein Gas und/oder ein Dampf, bevorzugt Wasserdampf und/oder ein Gas/Wasserdampf Gemisch entspannt. Dieses Betriebsmittel weist
10 in der Regel eine wesentlich höhere Schallgeschwindigkeit als Luft (343 m/s), bevorzugt zumindest 450 m/s, auf. Vorteilhaft umfaßt das Betriebsmittel Wasserdampf und/oder Wasserstoffgas und/oder Argon und/oder Helium. Besonders bevorzugt handelt es sich um überhitzten Wasserdampf. Um eine sehr feine Vermahlung
15 zu erreichen, hat es sich als besonders vorteilhaft erwiesen, dass das Betriebsmittel mit einem Druck von 15 bis 250 bar, besonders bevorzugt von 20 bis 150 bar, ganz besonders bevorzugt 30 bis 70 bar und insbesondere bevorzugt 40 bis 65 bar in die Mühle entspannt wird. Ebenfalls besonders bevorzugt
20 weist das Betriebsmittel eine Temperatur von 200 bis 800 °C, besonders bevorzugt 250 bis 600 °C und insbesondere 300 bis 400 °C auf.

Im Falle von Wasserdampf als Betriebsmittel, also insbesondere dann, wenn die Dampfzufuhrleitung an eine Wasserdampfquelle
25 angeschlossen ist, erweist es sich als besonders vorteilhaft, wenn die Mahl- oder Einlassdüsen an eine Dampfzufuhrleitung angeschlossen sind, die mit Dehnungsbögen ausgestattet ist.

Weiterhin hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn die Oberfläche der Strahlmühle einen möglichst kleinen Wert
30 aufweist und/oder die Strömungswege zumindest weitgehend vorsprungsfrei sind und/oder wenn die Komponenten der Strahlmühle zur Vermeidung von Massenanhäufungen ausgelegt sind. Durch diese Maßnahmen kann eine Ablagerung des Mahlguts in der Mühle zusätzlich verhindert werden.

Anhand der nachfolgend beschriebenen bevorzugten und speziellen Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens sowie der bevorzugten und besonders geeigneten Ausführungen von Strahlmühlen sowie der Zeichnungen und Beschreibungen der Zeichnungen wird die Erfindung lediglich exemplarisch näher
5 erläutert, d. h. sie ist nicht auf diese Ausführungs- und Anwendungsbeispiele oder auf die jeweiligen Merkmalskombinationen innerhalb einzelner Ausführungsbeispiele beschränkt.

10 Einzelne Merkmale, die im Zusammenhang mit konkreten Ausführungsbeispielen angeben und/oder dargestellt sind, sind nicht auf diese Ausführungsbeispiele oder die Kombination mit den übrigen Merkmalen dieser Ausführungsbeispiele beschränkt, sondern können im Rahmen der technischen Möglichkeiten, mit
15 jeglichen anderen Varianten, auch wenn sie in den vorliegenden Unterlagen nicht gesondert behandelt sind, kombiniert werden.

Gleiche Bezugszeichen in den einzelnen Figuren und Abbildungen der Zeichnungen bezeichnen gleiche oder ähnliche oder gleich oder ähnlich wirkende Komponenten. Anhand der Darstellungen in
20 der Zeichnung werden auch solche Merkmale deutlich, die nicht mit Bezugszeichen versehen sind, unabhängig davon, ob solche Merkmale nachfolgend beschrieben sind oder nicht. Andererseits sind auch Merkmale, die in der vorliegenden Beschreibung enthalten, aber nicht in der Zeichnung sichtbar oder
25 dargestellt sind, ohne weiteres für einen Fachmann verständlich.

Wie oben bereits angedeutet kann im erfindungsgemäßen Verfahren eine Strahlmühle, bevorzugt eine Gegenstrahlmühle, mit integriertem Sichter, bevorzugt einem integrierten dynamischen
30 Windsichter, zur Erzeugung feinsten Partikel verwendet werden. Insbesondere bevorzugt enthält der Windsichter ein Sichtrad und eine Sichtradwelle sowie ein Sichtergehäuse, wobei zwischen dem Sichtrad und dem Sichtergehäuse ein Sichterspalt und zwischen der Sichtradwelle und dem Sichtergehäuse eine
35 Wellendurchführung gebildet wird und wird derart betrieben,

dass eine Spaltspülung von Sichterspalt und/oder Wellendurchführung mit komprimierten Gasen niedriger Energie erfolgt.

- Vorzugsweise wird dabei das Spülgas mit einem Druck von nicht mehr als zumindest annähernd 0,4 bar, besonders bevorzugt nicht mehr als wenigstens ungefähr 0,3 bar und insbesondere nicht mehr als ca. 0,2 bar über dem Mühleninnendruck eingesetzt. Dabei kann der Mühleninnendruck zumindest ungefähr im Bereich von 0,1 bis 0,5 bar liegen.
- 10 Ferner ist es bevorzugt, wenn das Spülgas mit einer Temperatur von ca. 80 bis etwa 120 °C, insbesondere annähernd 100 °C eingesetzt wird, und/oder wenn als Spülgas niederenergetische Druckluft, insbesondere mit etwa 0,3 bar bis ca. 0,4 bar verwendet wird.
- 15 Die Drehzahl eines Sichtrotors des Windsichters und das innere Verstärkungsverhältnis $V (= D_i/DF)$, kann so gewählt oder eingestellt werden oder regelbar sein, dass die Umfangsgeschwindigkeit des Betriebsmittels (B) an einem dem Sichttrad zugeordneten Tauchrohr oder Austrittsstutzen bis zum
- 20 0,8-fachen der Schallgeschwindigkeit des Betriebsmediums erreicht. In der Formel $V (=D_i/DF)$ bedeuten $D_i =$ Innendurchmesser des Sichterrads (8), d.h. der Abstand zwischen den inneren Kanten der Schaufeln (34) und $DF =$ Innendurchmesser des Tauchrohres (20). In einer besonders bevorzugten
- 25 Ausführungsform beträgt der Innendurchmesser des Sichtrades $D_i = 280$ mm und der Innendurchmesser des Tauchrohres $DF = 100$ m. Zur Definition des Verstärkungsverhältnisses siehe auch Dr. R. Nied, „Strömungsmechanik und Thermodynamik in der mechanischen Verfahrenstechnik“, erhältlich bei Unternehmensberatung Dr.
- 30 Roland Nied, 86486 Bonstetten, Deutschland. Erhältlich ebenso bei NETZSCH-CONDUX Mahltechnik GmbH, Rodenbacher Chaussee 1, 63457 Hanau, Deutschland.

Dies kann dadurch weitergebildet sein, dass die Drehzahl eines Sichtrotors des Windsichters und das innere

Verstärkungsverhältnis $V (= D_i/DF)$ so gewählt oder eingestellt oder regelbar sind, dass die Umfangsgeschwindigkeit des Betriebsmittels (B) an dem Tauchrohr oder Austrittsstutzen bis zum 0,7-fachen und besonders bevorzugt bis zum 0,6-fachen der Schallgeschwindigkeit des Betriebsmediums erreicht.

Insbesondere kann ferner mit Vorteil vorgesehen sein, dass der Sichtrotor eine mit abnehmendem Radius zunehmende lichte Höhe aufweist, wobei vorzugsweise die durchströmte Fläche des Sichtrotors zumindest annähernd konstant ist. Alternativ oder zusätzlich kann vorteilhafterweise sein, dass der Sichtrotor ein auswechselbares, mitrotierendes Tauchrohr aufweist. Bei noch einer weiteren Variante ist es bevorzugt, wenn eine Feingutaustrittskammer vorgesehen ist, die in Strömungsrichtung eine Querschnittserweiterung aufweist.

Weiterhin kann die erfindungsgemäße Strahlmühle mit Vorteil insbesondere einen Windsichter enthalten, der einzelne Merkmale oder Merkmalskombinationen des Windsichters gemäß der EP 0 472 930 B1 enthält. Durch diese Bezugnahme ist zur Vermeidung bloßer identischer Übernahme der gesamte Offenbarungsgehalt der EP 0 472 930 B1 vollumfänglich hierin aufgenommen. Insbesondere kann der Windsichter Mittel zum Abbau der Umfangskomponenten der Strömung gemäß der EP 0 472 930 B1 enthalten. Dabei kann insbesondere vorgesehen sein, dass ein dem Sichtrad des Windsichters zugeordneter Austrittsstutzen, der als Tauchrohr ausgebildet ist, in Strömungsrichtung eine vorzugsweise zur Vermeidung von Wirbelbildungen gerundet gestaltete Querschnittserweiterung aufweist.

Bevorzugte und/oder vorteilhafte Ausführungsformen des im erfindungsgemäßen Verfahren verwendbaren Mahlsystems bzw. der Mühle ergeben sich aus den Figuren 1 bis 3a sowie der zugehörigen Beschreibung, wobei noch einmal betont sei, dass diese Ausführungsformen die Erfindung lediglich exemplarisch näher erläutern, d. h. sie ist nicht auf diese Ausführungs- und Anwendungsbeispiele oder auf die jeweiligen

Merkmalskombinationen innerhalb einzelner Ausführungsbeispiele beschränkt.

- Fig. 1 zeigt diagrammartig ein Ausführungsbeispiel einer Strahlmühle in einer teilweise geschnittenen Schemazeichnung,
5
- Fig. 2 zeigt ein Ausführungsbeispiel eines Windsichters einer Strahlmühle in vertikaler Anordnung und als schematischer Mittellängsschnitt, wobei dem Sichtrad das Auslassrohr für das Gemisch aus Sichtluft und Feststoffpartikeln zugeordnet ist,
10
- Fig. 2a zeigt ein Ausführungsbeispiel eines Windsichters analog Figur 2 jedoch mit Spaltspülung von Sichterspalt 8a und Wellendurchführung 35b,
- Fig. 3 zeigt in schematischer Darstellung und als Vertikalschnitt ein Sichtrad eines Windsichters
15
- Fig. 3a zeigt in schematischer Darstellung und als Vertikalschnitt ein Sichtrad eines Windsichters analog Figur 3 jedoch mit Spaltspülung von Sichterspalt 8a und Wellendurchführung 35b.
- 20 Figur 4: zeigt die Partikelverteilung von Silica 1 (unvermahlen)
- Figur 5: zeigt eine TEM-Aufnahme von Beispiel 1
- Figur 6: zeigt ein Histogramm des Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 1
- 25 Figur 7: zeigt eine TEM-Aufnahme von Beispiel 2
- Figur 8: zeigt ein Histogramm des Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 2

Figur 9: zeigt eine TEM-Aufnahme von Beispiel 3a

Figur 10: zeigt ein Histogramm des Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 3a

Figur 11: zeigt eine TEM-Aufnahme von Beispiel 3b

5 Figur 12: zeigt ein Histogramm des Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 3b

Einzelne Merkmale, die im Zusammenhang mit konkreten Ausführungsbeispielen angegeben und/oder dargestellt sind, sind
10 nicht auf diese Ausführungsbeispiele oder die Kombination mit den übrigen Merkmalen dieser Ausführungsbeispiele beschränkt, sondern können im Rahmen des technischen Möglichen, mit jeglichen anderen Varianten, auch wenn sie in den vorliegenden Unterlagen nicht gesondert behandelt sind, kombiniert werden.

15 Gleiche Bezugszeichen in den einzelnen Figuren und Abbildungen der Zeichnungen bezeichnen gleiche oder ähnliche oder gleich und ähnlich wirkende Komponenten. Anhand der Darstellungen in der Zeichnung werden auch solche Merkmale deutlich, die nicht mit Bezugszeichen versehen sind, unabhängig davon, ob solche
20 Merkmale nachfolgend beschrieben sind oder nicht. Andererseits sind auch Merkmale, die in der vorliegenden Beschreibung enthalten, aber nicht in der Zeichnung sichtbar oder dargestellt sind, ohne weiteres für einen Fachmann verständlich.

25 In der Fig. 1 ist ein Ausführungsbeispiel einer Strahlmühle 1 mit einem zylindrischen Gehäuse 2, das eine Mahlkammer 3 umschließt, einer Mahlgut Aufgabe 4 etwa in der halben Höhe der Mahlkammer 3, zumindest einem Mahlstrahleneinlass 5 im unteren Bereich der Mahlkammer 3 und einem Produktauslass 6 im oberen
30 Bereich der Mahlkammer 3 gezeigt. Dort ist ein Windsichter 7 mit einem drehbaren Sichtrad 8 angeordnet, mit dem das Mahlgut

(nicht gezeigt) klassiert wird, um nur Mahlgut unterhalb einer bestimmten Korngröße durch den Produktauslass 6 aus der Mahlkammer 3 abzuführen und Mahlgut mit einer Korngröße über dem ausgewählten Wert einem weiteren Mahlvorgang zuzuführen.

- 5 Das Sichtrad 8 kann ein bei Windsichtern übliches Sichtrad sein, dessen Schaufeln (siehe später z. B. im Zusammenhang mit Fig. 3) radial verlaufende Schaufelkanäle begrenzen, an deren äußeren Enden die Sichtluft eintritt und Partikel kleinerer Korngröße oder Masse zum zentralen Auslass und zum
- 10 Produktauslass 6 mitschleppt, während größere Partikel oder Partikel größerer Masse unter dem Einfluss der Fliehkraft abgewiesen werden. Besonders bevorzugt sind der Windsichter 7 und/oder zumindest dessen Sichtrad 8 mit wenigstens einem Gestaltungsmerkmal gemäß der EP 0 472 930 B1 ausgestattet.
- 15 Es kann nur ein Mahlstrahleinlass 5 z. B. bestehend aus einer einzigen, radial gerichteten Einlassöffnung oder Einlassdüse 9 vorgesehen sein, um einen einzigen Mahlstrahl 10 auf die Mahlgutpartikel, die von der Mahlgutaufgabe 4 aus in den Bereich des Mahlstrahles 10 gelangen, mit hoher Energie
- 20 auftreffen und die Mahlgutpartikel in kleinere Teilpartikel zerlegen zu lassen, die vom Sichtrad 8 angesaugt und, soweit sie eine entsprechend geringe Größe bzw. Masse haben, durch den Produktauslass 6 nach außen gefördert werden. Eine bessere Wirkung wird jedoch mit paarweise diametral einander
- 25 gegenüberliegenden Mahlstrahleinlässen 5 erzielt, die zwei aufeinander prallende Mahlstrahlen 10 bilden, die die Partikelzerlegung intensiver bewirken als dies mit nur einem Mahlstrahl 10 möglich ist, insbesondere wenn mehrere Mahlstrahlpaare erzeugt werden.
- 30 Bevorzugt werden zwei oder mehr Mahlstrahleinlässe, bevorzugt Mahldüsen, insbesondere 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 oder 12 Mahlstrahleinlässe verwendet, die im unteren Drittel des, bevorzugt zylinderförmigen, Gehäuses der Mahlkammer angebracht sind. Diese Mahlstrahleinlässe sind idealerweise in einer Ebene
- 35 und gleichmäßig über den Umfang des Mahlbehälters verteilt

angeordnet, so dass sich die Mahlstrahlen alle an einem Punkt im Inneren des Mahlbehälters treffen. Insbesondere bevorzugt sind die Einlässe bzw. Düsen gleichmäßig über den Umfang des Mahlbehälters verteilt. Bei drei Mahlstrahlen wäre das ein
5 Winkel von 120° zwischen den jeweiligen Einlässen bzw. Düsen. Allgemein kann man sagen, dass je größer der Mahlraum ist, umso mehr Einlässe bzw. Mahldüsen verwendet werden.

Der Mahlraum kann in einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zusätzlich zu den
10 Mahlstrahleinlässen Heizöffnungen 5a, bevorzugt in Form von Heizdüsen, enthalten, durch die heißes Gas in der Aufheizphase in die Mühle geleitet werden kann. Diese Düsen bzw. Öffnungen können - wie zuvor bereits geschildert - in der selben Ebene angeordnet sein wie die Mahlöffnungen bzw. -düsen 5. Es können
15 eine, bevorzugt aber auch mehrere, besonders bevorzugt 2, 3, 4, 5, 6, 7 oder 8 Heizöffnungen bzw. -düsen 5a enthalten sein.

In einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform enthält die Mühle zwei Heizdüsen bzw. -öffnungen und drei Mahldüsen bzw. -öffnungen.

20 Ferner kann beispielsweise die Verarbeitungstemperatur beeinflusst werden durch Einsatz einer internen Heizquelle 11 zwischen Mahlgutaufgabe 4 und dem Bereich der Mahlstrahlen 10 oder einer entsprechenden Heizquelle 12 im Bereich außerhalb der Mahlgutaufgabe 4 oder durch Verarbeitung von Partikeln
25 eines ohnehin schon warmen Mahlgutes, das unter Vermeidung von Wärmeverlusten in die Mahlgutaufgabe 4 gelangt, wozu ein Zuführungsrohr 13 von einem temperaturisolierenden Mantel 14 umgeben ist. Die Heizquelle 11 oder 12 kann, wenn sie eingesetzt wird, dem Grund nach beliebig sein und daher
30 zweckgerichtet einsetzbar und gemäß der Verfügbarkeit am Markt ausgewählt werden, so dass weitere Erläuterungen dazu nicht erforderlich sind.

Für die Temperatur ist insbesondere die Temperatur des Mahlstrahls oder der Mahlstrahlen 10 relevant und die

Temperatur des Mahlgutes sollte dieser Mahlstrahltemperatur zumindest annähernd entsprechen.

Zur Bildung der durch Mahlstrahleinlässe 5 in die Mahlkammer 3 eingebrachten Mahlstrahlen 10 wird dazu beim vorliegenden Ausführungsbeispiel Heißdampf verwendet. Dabei ist davon auszugehen, dass der Wärmeinhalt des Wasserdampfes nach der Einlassdüse 9 des jeweiligen Mahlstrahleinlasses 5 nicht wesentlich geringer ist als vor dieser Einlassdüse 9. Weil die für die Prallzerkleinerung notwendige Energie primär als Strömungsenergie zur Verfügung stehen soll, wird demgegenüber der Druckabfall zwischen dem Einlass 15 der Einlassdüse 9 und deren Auslass 16 erheblich sein (die Druckenergie wird weitestgehend in Strömungsenergie umgesetzt sein) und auch der Temperaturabfall wird nicht unerheblich sein. Insbesondere dieser Temperaturabfall soll durch die Erwärmung des Mahlgutes so weit kompensiert sein, dass Mahlgut und Mahlstrahl 10 im Bereich des Zentrums 17 der Mahlkammer 3 bei zumindest zwei aufeinander treffenden Mahlstrahlen 10 oder einem Vielfachen von zwei Mahlstrahlen 10 die gleiche Temperatur haben.

Zur Gestaltung und Durchführung der Aufbereitung des Mahlstrahles 10 aus Heißdampf insbesondere in Form eines geschlossenen Systems wird auf die DE 198 24 062 A1 verwiesen, deren vollständiger Offenbarungsgehalt diesbezüglich zur Vermeidung bloßer identischer Übernahme durch die vorliegende Bezugnahme vollumfänglich hierin aufgenommen ist. Durch ein geschlossenes System ist beispielsweise eine Mahlung von heißer Schlacke als Mahlgut mit optimalem Wirkungsgrad möglich.

Bei der Darstellung des vorliegenden Ausführungsbeispiels der Strahlmühle 1 ist stellvertretend für jegliche Zufuhr eines Betriebsmittels oder Betriebsmediums B eine Reservoir- oder Erzeugungseinrichtung 18, die beispielsweise ein Tank 18a darstellt, woraus das Betriebsmittel oder Betriebsmedium B über Leitungseinrichtungen 19 zu dem Mahlstrahleinlass 5 oder den Mahlstrahleinlässen 5 zur Bildung des Mahlstrahles 10 bzw. der Mahlstrahlen 10 geleitet wird.

Insbesondere ausgehend von einer mit einem Windsichter 7
ausgestatteten Strahlmühle 1, wobei die diesbezüglichen
Ausführungsbeispiele hierin nur als exemplarisch und nicht als
beschränkend beabsichtigt und zu verstehen sind, wird mit
5 dieser Strahlmühle 1 mit einem integrierten dynamischen
Windsichter 7 ein Verfahren zur Erzeugung feinsten Partikel
durchgeführt. Die Neuerung gegenüber herkömmlichen Strahlmühlen
besteht, neben der Tatsache, dass der Mahlphase eine
Aufheizphase vorgeschaltet ist, in der alle mit dem Dampf in
10 Berührung kommenden Teile auf eine Temperatur oberhalb des
Taupunktes des Dampfes aufgeheizt werden, und der Tatsache, dass
ein bevorzugt integrierter Sichter verwendet wird darin, dass
die Drehzahl des Sichtrotors oder Sichtrades 8 des Windsichters
7 und das innere Verstärkungsverhältnis $V (= D_i/DF)$ bevorzugt
15 so gewählt, eingestellt oder geregelt werden, dass die
Umfangsgeschwindigkeit eines Betriebsmittels B an einem dem
Sichtrad 8 zugeordneten Tauchrohr oder Austrittsstutzen 20 bis
zum 0,8-fachen, vorzugsweise bis zum 0,7-fachen und besonders
bevorzugt bis zum 0,6-fachen der Schallgeschwindigkeit des
20 Betriebsmediums oder -mittels B erreicht.

Unter Bezugnahme auf die vorerläuterte Variante mit Heißdampf
als Betriebsmittel oder Betriebsmedium B oder als Alternative
dazu ist es besonders vorteilhaft, als Betriebsmittel Gase oder
Dämpfe B zu verwenden, die eine höhere und insbesondere
25 wesentlich höhere Schallgeschwindigkeit als Luft (343 m/s)
aufweisen. Speziell werden als Betriebsmittel Gase oder Dämpfe
B verwendet, die eine Schallgeschwindigkeit von wenigstens 450
m/s aufweisen. Damit wird die Erzeugung und die Ausbeute
feinsten Partikel gegenüber Verfahren mit anderen
30 Betriebsmitteln, wie sie gemäß Kenntnissen aus der Praxis
herkömmlich eingesetzt werden, deutlich verbessert und somit
das Verfahren insgesamt optimiert.

Als das Betriebsmittel B wird ein Fluid verwendet, bevorzugt
der bereits erwähnte Wasserdampf, aber auch Wasserstoffgas oder
35 Heliumgas.

In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Strahlmühle 1, bei der es sich insbesondere um eine Fließbettstrahlmühle oder eine Dichtbettstrahlmühle oder eine Spiralstrahlmühle handelt, mit dem integrierten dynamischen Windsichter 7 zur Erzeugung

5 feinsten Partikel entsprechend so gestaltet oder ausgelegt oder mit geeigneten Einrichtungen versehen, dass die Drehzahl des Sichertrotors oder Sichertrades 8 des Windsichters 7 und das innere Verstärkungsverhältnis $V (= D_i/D_F)$ so gewählt oder eingestellt oder regelbar oder steuerbar sind, dass die

10 Umfangsgeschwindigkeit des Betriebsmittels B am Tauchrohr oder Austrittsstutzen 20 bis zum 0,8-fachen, vorzugsweise bis zum 0,7-fachen und besonders bevorzugt bis zum 0,6-fachen der Schallgeschwindigkeit des Betriebsmediums oder -mittels B erreicht.

15 Weiterhin ist die Strahlmühle 1 bevorzugt mit einer Quelle, beispielsweise der Reservoir- oder Erzeugungseinrichtung 18 für Wasserdampf oder Heißdampf oder einer anderen geeigneten Reservoir- oder Erzeugungseinrichtung, für ein Betriebsmittel B ausgestattet oder ist ihr eine solche Betriebsmittelquelle

20 zugeordnet, woraus für den Betrieb ein Betriebsmittel B mit einer höheren und insbesondere wesentlich höheren Schallgeschwindigkeit als Luft (343 m/s), wie vorzugsweise einer Schallgeschwindigkeit von wenigstens 450 m/s, eingespeist wird. Diese Betriebsmittelquelle, wie beispielsweise die

25 Reservoir- oder Erzeugungseinrichtung 18 für Wasserdampf oder Heißdampf, enthält Gase oder Dämpfe B zur Verwendung beim Betrieb der Strahlmühle 1, und zwar insbesondere den bereits oben erwähnten Wasserdampf, wobei aber auch Wasserstoffgas oder Heliumgas bevorzugte Alternativen darstellen.

30 Insbesondere bei der Verwendung von heißem Wasserdampf als Betriebsmittel B ist es vorteilhaft, mit Dehnungsbögen (nicht gezeigt) ausgestattete Leitungseinrichtungen 19, die dann auch als Dampfzufuhrleitung zu bezeichnen sind, zu den Einlass- oder Mahldüsen 9 vorzusehen, also vorzugsweise dann, wenn die

35 Dampfzufuhrleitung an eine Wasserdampfquelle als Reservoir- oder Erzeugungseinrichtung 18 angeschlossen ist.

Ein weiterer vorteilhafter Aspekt beim Einsatz von Wasserdampf als Betriebsmittel B besteht darin, die Strahlmühle 1 mit einer möglichst kleinen Oberfläche zu versehen, oder mit anderen Worten, die Strahlmühle 1 hinsichtlich einer möglichst kleinen Oberfläche zu optimieren. Gerade im Zusammenhang mit dem Wasserdampf als Betriebsmittel B ist es besonders vorteilhaft, Wärmeaustausch oder Wärmeverlust und damit Energieverlust im System zu vermeiden. Diesem Zweck dient auch die weitere alternative oder zusätzlich Ausgestaltungsmaßnahme, nämlich die Komponenten der Strahlmühle 1 zur Vermeidung von Massenanhäufungen auszulegen oder dahingehend zu optimieren. Dies kann beispielsweise durch Verwendung von möglichst dünnen Flanschen in den und zum Anschluss der Leitungseinrichtungen realisiert werden.

Energieverlust und auch andere strömungsrelevante Beeinträchtigungen können ferner dadurch eingedämmt oder vermieden werden, wenn die Komponenten der Strahlmühle 1 zur Vermeidung von Kondensation ausgelegt oder optimiert sind. Es können zu diesem Zweck sogar spezielle Einrichtungen (nicht gezeigt) zur Kondensationsvermeidung enthalten sein. Weiterhin ist es von Vorteil, wenn die Strömungswege zumindest weitgehend vorsprungsfrei oder dahingehend optimiert sind. In anderen Worten, wird mit diesen Ausgestaltungsvarianten einzeln oder in beliebigen Kombinationen das Prinzip umgesetzt, möglichst viel oder alles zu vermeiden, was kalt werden kann und wo sich somit Kondensation einstellen kann.

Weiterhin ist es vorteilhaft und daher bevorzugt, wenn der Sichtrotor eine mit abnehmendem Radius, also zu seiner Achse hin zunehmende lichte Höhe aufweist, wobei insbesondere die durchströmte Fläche des Sichtrotors zumindest annähernd konstant ist. Zunächst oder alternativ kann eine Feingutaustrittskammer vorgesehen sein, die in Strömungsrichtung eine Querschnittserweiterung aufweist.

21

Eine besonders bevorzugte Ausgestaltung besteht bei der Strahlmühle 1 darin, dass der Sichtrotor 8 ein auswechselbares, mit rotierendes Tauchrohr 20 aufweist.

Nachfolgend werden unter Bezugnahme auf die Fig. 2 und 3
5 weitere Details und Varianten bevorzugter Ausgestaltungen der Strahlmühle 1 und ihrer Komponenten erläutert.

Die Strahlmühle 1 enthält bevorzugt, wie der schematischen Darstellung in der Fig. 2 zu entnehmen ist, einen integrierten Windsichter 7, bei dem es sich beispielsweise bei Bauarten der
10 Strahlmühle 1 als Fließbettstrahlmühle oder als Dichtbettstrahlmühle oder als Spiralstrahlmühle um einen dynamischen Windsichter 7 handelt, der vorteilhafterweise im Zentrum der Mahlkammer 3 der Strahlmühle 1 angeordnet ist. In Abhängigkeit von Mahlgasvolumenstrom und Sichterzahl kann
15 die angestrebte Feinheit des Mahlgutes beeinflusst werden.

Bei dem Windsichter 7 der Strahlmühle 1 gemäß der Fig. 2 wird der gesamte vertikale Windsichter 7 von einem Sichtergehäuse 21 umschlossen, das im wesentlichen aus dem Gehäuseoberteil 22 und dem Gehäuseunterteil 23 besteht. Das Gehäuseoberteil 22 und das
20 Gehäuseunterteil 23 sind am oberen bzw. unteren Rand mit je einem nach außen gerichteten Umfangsflansch 24 bzw. 25 versehen. Die beiden Umfangsflansche 24, 25 liegen im Einbau- oder Funktionszustand des Windsichters 8 aufeinander und sind durch geeignete Mittel gegeneinander fixiert. Geeignete Mittel
25 zum Fixieren sind beispielsweise Schraubverbindungen (nicht gezeigt). Als lösbare Befestigungsmittel können auch Klammern (nicht gezeigt) oder dergleichen dienen.

An einer praktisch beliebigen Stelle des Flanschumfangs sind beide Umfangsflansche 24 und 25 durch ein Gelenk 26 miteinander
30 so verbunden, dass das Gehäuseoberteil 22 nach dem Lösen der Flanschverbindungs mittel gegenüber dem Gehäuseunterteil 23 nach oben in Richtung des Pfeils 27 geschwenkt werden kann und das Gehäuseoberteil 22 von unten sowie das Gehäuseunterteil 23 von oben zugänglich sind. Das Gehäuseunterteil 23 seinerseits ist

zweiteilig ausgebildet und es besteht im wesentlichen aus dem zylindrischen Sichtraumgehäuse 28 mit dem Umfangsflansch 25 an seinem oberen offenen Ende und einem Austragkonus 29, der sich nach unten kegelförmig verjüngt. Der Austragskonus 29 und das
5 Sichtraumgehäuse 28 liegen am oberen bzw. unteren Ende mit Flanschen 30, 31 aufeinander und die beiden Flansche 30, 31 von Austragkonus 29 und Sichtraumgehäuse 28 sind wie die Umfangsflansche 24, 25 durch lösbare Befestigungsmittel (nicht gezeigt) miteinander verbunden. Das so zusammengesetzte
10 Siebtergehäuse 21 ist in oder an Tragarmen 28a aufgehängt, von denen mehrere möglichst gleichmäßig beabstandet um den Umfang des Siebters- oder Verdichtergehäuses 21 des Windsiebers 7 der Strahlmühle 1 verteilt sind und am zylindrischen Sichtraumgehäuse 28 angreifen.

15 Wesentliches Teil der Gehäuseeinbauten des Windsiebers 7 ist wiederum das Siebtrad 8 mit einer oberen Deckscheibe 32, mit einer dazu axial beabstandeten unteren abströmseitigen Deckscheibe 33 und mit zwischen den Außenrändern der beiden Deckscheiben 32 und 33 angeordneten, mit diesen fest
20 verbundenen und gleichmäßig um den Umfang des Siebtrades 8 verteilten Schaufeln 34 mit zweckmäßiger Kontur. Bei diesem Windsieber 7 wird der Antrieb des Siebtrades 8 über die obere Deckscheibe 32 bewirkt, während die untere Deckscheibe 33 die abströmseitige Deckscheibe ist. Die Lagerung des Siebtrades 8
25 umfasst eine in zweckmäßiger Weise zwangsweise angetriebene Siebtradwelle 35, die mit dem oberen Ende aus dem Siebtergehäuse 21 herausgeführt ist und mit ihrem unteren Ende innerhalb des Siebtergehäuses 21 in fliegender Lagerung drehfest das Siebtrad 8 trägt. Die Herausführung der
30 Siebtradwelle 35 aus dem Siebtergehäuse 21 erfolgt in einem Paar bearbeiteter Platten 36, 37, die das Siebtergehäuse 21 am oberen Ende eines nach oben kegeltumpfförmig verlaufenden Gehäuseendabschnittes 38 abschließen, die Siebtradwelle 35 führen und diesen Wellendurchtritt ohne Behinderung der
35 Drehbewegungen der Siebtradwelle 35 abdichten. Zweckmäßigerweise kann die obere Platte 36 als Flansch drehfest der Siebtradwelle 35 zugeordnet und über Drehlager 35a drehbar auf

der unteren Platte 37 abgestützt sein, die ihrerseits einem Gehäuseendabschnitt 38 zugeordnet ist. Die Unterseite der abströmseitigen Deckscheibe 33 liegt in der gemeinsamen Ebene zwischen den Umfangsflanschen 24 und 25, so dass das Sichtrad 8 in seiner Gesamtheit innerhalb des klappbaren Gehäuseoberteils 22 angeordnet ist. Im Bereich des konischen Gehäuseendabschnittes 38 weist das Gehäuseoberteil 22 außerdem einen rohrartigen Produktaufgabestutzen 39 der Mahlgutaufgabe 4 auf, dessen Längsachse parallel zur Drehachse 40 des Sichtrades 8 und seiner Antriebs- oder Sichtradwelle 35 verläuft und der möglichst weit von dieser Drehachse 40 des Sichtrades 8 und seiner Antriebs- oder Sichtradwelle 35 entfernt, am Gehäuseoberteil 22 radial außen liegend angeordnet ist.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform gemäß Figur 2a und 3a enthält der integrierte dynamische Windsichter 1 ein Sichtrad 8 und eine Sichtradwelle 35 sowie ein Sichtergehäuse, wie bereits erläutert wurde. Dabei ist zwischen dem Sichtrad 8 und dem Sichtergehäuse 21 ein Sichterspalt 8a definiert und ist zwischen der Sichtradwelle und dem Sichtergehäuse 21 eine Wellendurchführung 35b gebildet (Siehe dazu Fig. 2a und 3a). Insbesondere ausgehend von einer mit einem derartigen Windsichter 7 ausgestatteten Strahlmühle 1, wobei die diesbezüglichen Ausführungsbeispiele hierbei nur exemplarisch und nicht als beschränkend zu verstehen sind, wird mit dieser Strahlmühle 1, mit einem integrierten dynamischen Windsichter 7 ein Verfahren zur Erzeugung feinsten Partikel durchgeführt. Die Neuerung gegenüber herkömmlichen Strahlmühlen besteht dabei neben der Tatsache, dass der Mahlraum vor der Mahlphase auf eine Temperatur oberhalb des Taupunktes des Dampfes aufgeheizt wird, darin dass eine Spaltspülung von Sichterspalt 8a und/oder Wellendurchführung 35b mit komprimierten Gasen niedriger Energie erfolgt. Das Besondere dieser Ausgestaltung ist gerade die Kombination der Verwendung dieser komprimierten niedrig energetischen Gase mit dem energiereichen Heißdampf, mit dem die Mühle durch die Mahlstrahleinlässe, insbesondere Mahldüsen oder darin enthaltende Mahldüsen, beschickt wird. Es

kommen somit gleichzeitig hochenergetische Medien und niedrigenergetische Medien zum Einsatz.

Sowohl in der Ausführungsform nach Figur 2 und 3 bzw. 2a und 3a nimmt das Sichtergehäuse 21 den achsgleich zum Sichtrad 8 angeordneten rohrförmigen Austrittsstutzen 20 auf, der mit seinem oberen Ende dicht unterhalb der abströmseitigen Deckscheibe 33 des Sichtrades 8 liegt, ohne jedoch mit diesem verbunden zu sein. An das untere Ende des als Rohr ausgebildeten Austrittsstutzens 20 ist eine Austrittskammer 41 achsgleich angesetzt, die ebenfalls rohrförmig ist, deren Durchmesser jedoch wesentlich größer ist als der Durchmesser des Austrittsstutzens 20 und beim vorliegenden Ausführungsbeispiel zumindest doppelt so groß wie der Durchmesser des Austrittsstutzens 20 ist. Am Übergang zwischen dem Austrittsstutzen 20 und der Austrittskammer 41 liegt also ein deutlicher Durchmessersprung vor. Der Austrittsstutzen 20 ist in eine obere Deckplatte 42 der Austrittskammer 41 eingesetzt. Unten ist die Austrittskammer 41 durch einen abnehmbaren Deckel 43 verschlossen. Die Baueinheit aus Austrittsstutzen 20 und Austrittskammer 41 ist in mehreren Tragarmen 44 gehalten, die sternförmig gleichmäßig um den Umfang der Baueinheit verteilt, mit ihren inneren Enden im Bereich des Austrittsstutzens 20 fest mit der Baueinheit verbunden und mit ihren äußeren Enden am Sichtergehäuse 21 befestigt sind.

Der Austrittsstutzen 20 ist von einem kegelförmigen Ringgehäuse 45 umgeben, dessen unterer, größerer Außendurchmesser zumindest etwa dem Durchmesser der Austrittskammer 41 und dessen oberer, kleinerer Außendurchmesser zumindest etwa dem Durchmesser des Sichtrades 8 entspricht. An der konischen Wand des Ringgehäuses 45 enden die Tragarme 44 und sind mit dieser Wand fest verbunden, die ihrerseits wieder Teil der Baueinheit aus Austrittsstutzen 20 und Austrittskammer 41 ist.

Die Tragarme 44 und das Ringgehäuse 45 sind Teile der Spüllufteinrichtung (nicht gezeigt), wobei die Spülluft das

Eindringen von Materie aus dem Innenraum des Sichtergehäuses 21 in den Spalt zwischen dem Sichtrad 8 oder genauer dessen unterer Deckscheibe 3 und dem Austrittsstutzen 20 verhindert. Um diese Spülluft in das Ringgehäuse 45 und von dort in den freizuhaltenen Spalt gelangen zu lassen, sind die Tragarme 44 als Rohre ausgebildet, mit ihren äußeren Endabschnitten durch die Wand des Sichtergehäuses 21 hindurchgeführt und über einen Ansaugfilter 46 an eine Spülluftquelle (nicht gezeigt) angeschlossen. Das Ringgehäuse 45 ist nach oben durch eine Lochplatte 47 abgeschlossen und der Spalt selbst kann durch eine axial verstellbare Ringscheibe im Bereich zwischen Lochplatte 47 und unterer Deckscheibe 33 des Sichtrades 8 einstellbar sein.

Der Auslass aus der Austrittskammer 41 wird von einem Feingutaustragrohr 48 gebildet, das von außen in das Sichtergehäuse 21 hineingeführt ist und in tangentialer Anordnung an die Austrittskammer 41 angeschlossen ist. Das Feingutaustragrohr 48 ist Bestandteil des Produktauslasses 6. Der Verkleidung der Einmündung des Feingutaustragrohrs 48 an die Austrittskammer 41 dient ein Abweiskegel 49.

Am unteren Ende des konischen Gehäuseendabschnittes 38 sind in horizontaler Anordnung eine Sichtlufteintrittsspirale 50 und ein Grobgutaustrag 51 dem Gehäuseendabschnitt 38 zugeordnet. Die Drehrichtung der Sichtlufteintrittsspirale 50 ist der Drehrichtung des Sichtrades 8 entgegengerichtet. Der Grobgutaustrag 51 ist dem Gehäuseendabschnitt 38 abnehmbar zugeordnet, wobei dem unteren Ende des Gehäuseendabschnittes 38 ein Flansch 52 und dem oberen Ende des Grobgutaustrages 51 ein Flansch 53 zugeordnet und beide Flansche 52 und 53 wiederum durch bekannte Mittel lösbar miteinander verbunden sind, wenn der Windsichter 7 betriebsbereit ist.

Die auszulegende Dispersionszone ist mit 54 bezeichnet. An der Innenkante bearbeitete (angefaste) Flansche für eine saubere Strömungsführung und eine einfache Auskleidung sind mit 55 bezeichnet.

Schließlich ist noch an die Innenwand des Austrittsstützens 20 ein auswechselbares Schutzrohr 56 als Verschleißteil angelegt und kann ein entsprechendes auswechselbare Schutzrohr 57 an die Innenwand der Austrittskammer 41 angelegt sein.

5 Zu Beginn des Betriebs des Windsichters 7 im dargestellten Betriebszustand wird über die Sichtlufteintrittsspirale 50 Sichtluft in den Windsichter 7 unter einem Druckgefälle und mit einer zweckentsprechend gewählten Eintrittsgeschwindigkeit eingeführt. Infolge der Einführung der Sichtluft mittels einer
10 Spirale insbesondere in Verbindung mit der Konizität des Gehäuseendabschnittes 38 steigt die Sichtluft spiralförmig nach oben in den Bereich des Sichtrades 8. Gleichzeitig wird das „Produkt“ aus Feststoffpartikeln unterschiedlicher Masse über den Produktaufgabestutzen 39 in das Sichtergehäuse 21
15 eingegeben. Von diesem Produkt gelangt das Grobgut, d. h. der Partikelanteil mit größerer Masse entgegen der Sichtluft in den Bereich des Grobgutaustrages 51 und wird zur Weiterverarbeitung bereitgestellt. Das Feingut, d. h. der Partikelanteil mit geringerer Masse wird mit der Sichtluft vermischt, gelangt von
20 außen nach innen radial durch das Sichtrad 8 in den Austrittsstutzen 20, in die Austrittskammer 41 und schließlich über ein Feingutaustrittsrohr 48 in einen Feingutaustritt oder -auslass 58, sowie von dort in einen Filter, in dem das Betriebsmittel in Form eines Fluides, wie beispielsweise Luft,
25 und Feingut voneinander getrennt werden. Größere Feingutbestandteile werden aus dem Sichtrad 8 radial herausgeschleudert und dem Grobgut zugemischt, um das Sichtergehäuse 21 mit dem Grobgut zu verlassen oder so lange im Sichtergehäuse 21 zu kreisen, bis es zu Feingut einer solchen
30 Körnung geworden ist, dass es mit der Sichtluft ausgetragen wird.

Infolge der abrupten Querschnittserweiterung vom Austrittsstutzen 20 zur Austrittskammer 41 findet dort eine deutliche Verringerung der Strömungsgeschwindigkeit des
35 Feingut-Luft-Gemisches statt. Dieses Gemisch wird also mit sehr geringer Strömungsgeschwindigkeit durch die Austrittskammer 41

über das Feingutaustrittsrohr 48 in den Feingutauslass 58 gelangen und an der Wand der Austrittskammer 41 nur in geringem Maße Abrieb erzeugen. Deswegen ist das Schutzrohr 57 auch nur eine höchst vorsorgliche Maßnahme. Die aus Gründen einer guten
5 Trenntechnik hohe Strömungsgeschwindigkeit im Sichtrad 8 herrscht jedoch noch im Austrag- oder Austrittsstutzen 20, deshalb das Schutzrohr 56 wichtiger ist als das Schutzrohr 57. Besonders bedeutsam ist der Durchmessersprung mit einer
10 Durchmessererweiterung beim Übergang vom Austrittsstutzen 20 in die Austrittskammer 41.

Im übrigen kann der Windsichter 7 durch die Unterteilung des Sichtergehäuses 21 in der beschriebenen Weise und die Zuordnung der Sichterkomponenten zu den einzelnen Teilgehäusen wiederum gut gewartet werden und können schadhaft gewordene Komponenten
15 mit relativ geringem Aufwand und innerhalb kurzer Wartungszeiten ausgewechselt werden.

Während in der schematischen Darstellung der Fig. 2 bzw. 2a das Sichtrad 8 mit den beiden Deckscheiben 32 und 33 und dem zwischen diesen angeordneten Schaufelkranz 59 mit den Schaufeln
20 34 noch in bereits bekannter, üblicher Form mit parallelen und paralleleflächigen Deckscheiben 32 und 33 dargestellt ist, ist in Fig. 3 bzw. 3a das Sichtrad 8 für ein weiteres Ausführungsbeispiel des Windsichters 7 einer vorteilhaften Weiterbildung dargestellt.

25 Dieses Sichtrad 8 gemäß der Fig. 3 bzw. 3a enthält zusätzlich zu dem Schaufelkranz 59 mit den Schaufeln 34 die obere Deckscheibe 32 und die dazu axial beabstandete untere abströmseitige Deckscheibe 33 und ist um die Drehachse 40 und damit die Längsachse des Windsichters 7 drehbar. Die diametrale
30 Ausdehnung des Sichtrades 8 ist senkrecht zur Drehachse 40, d. h. zur Längsachse des Windsichters 7, unabhängig davon ob die Drehachse 40 und damit die genannte Längsachse senkrecht steht oder horizontal verläuft. Die untere abströmseitige Deckscheibe 33 umschließt konzentrisch den Austrittsstutzen 20. Die
35 Schaufeln 34 sind mit beiden Deckscheiben 33 und 32 verbunden.

Die beiden Deckscheiben 32 und 33 sind nun abweichend vom Stand der Technik konisch ausgebildet und zwar vorzugsweise derart, dass der Abstand der oberen Deckscheibe 32 von der abströmseitigen Deckscheibe 33 vom Kranz 59 der Schaufeln 34 nach innen, d. h. zur Drehachse 40 hin, größer wird und zwar bevorzugt kontinuierlich, wie beispielsweise linear oder nicht linear, und mit weiterem Vorzug so, dass die Fläche des durchströmten Zylindermantels für jeden Radius zwischen Schaufelaustrittskanten und Austrittsstutzen 20 zumindest annähernd konstant bleibt. Die infolge des kleiner werdenden Radius bei bekannten Lösungen geringer werdende Abströmgeschwindigkeit bleibt bei dieser Lösung zumindest annähernd konstant.

Außer der vorstehend und in der Fig. 3 und 3a erläuterten Variante der Gestaltung der oberen Deckscheibe 32 und der unteren Deckscheibe 33 ist es auch möglich, dass nur eine dieser beiden Deckscheiben 32 oder 33 in der erläuterten Weise konisch ausgebildet ist und die andere Deckscheibe 33 bzw. 32 eben ist, wie dies im Zusammenhang mit dem Ausführungsbeispiel gemäß der Fig. 2 für beide Deckscheiben 32 und 33 der Fall ist. Insbesondere kann dabei die Form der nicht paralleleflächigen Deckscheibe derart sein, dass zumindest annähernd so, dass die Fläche des durchströmten Zylindermantels für jeden Radius zwischen Schaufelaustrittskanten und Austrittsstutzen 20 konstant bleibt.

Die Erfindung, insbesondere das erfindungsgemäße Verfahren ist anhand der Ausführungsbeispiele in der Beschreibung und in der Zeichnung lediglich exemplarisch dargestellt und nicht darauf beschränkt, sondern umfasst alle Variationen, Modifikationen, Substitutionen und Kombinationen, die der Fachmann den vorliegenden Unterlagen insbesondere im Rahmen der Ansprüche und der allgemeinen Darstellungen in der Einleitung dieser Beschreibung sowie der Beschreibung der Ausführungsbeispiele und deren Darstellungen in der Zeichnung entnehmen und mit seinem fachmännischen Wissen sowie dem Stand der Technik kombinieren kann. Insbesondere sind alle einzelnen Merkmale und

Ausgestaltungsmöglichkeiten der Erfindung und ihrer Ausführungsvarianten kombinierbar.

Mit dem zuvor näher beschriebenen Verfahren können beliebige Partikel, insbesondere amorphe Partikel derart vermahlen
5 werden, dass pulverförmige Feststoffe mit einer mittleren Partikelgröße $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{99} -Wert $< 2 \mu\text{m}$ erhalten werden. Es ist insbesondere möglich diese Partikelgrößen bzw. Partikelgrößenverteilungen über eine Trockenvermahlung zu
10 erreichen.

Die erfindungsgemäßen, amorphen Feststoffe zeichnen sich dadurch aus, dass sie eine mittlere Partikelgröße (TEM) $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$, bevorzugt $d_{50} < 1 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt d_{50} von $0,01$ bis $1 \mu\text{m}$, ganz besonders bevorzugt d_{50} von $0,05$ bis $0,9 \mu\text{m}$,
15 insbesondere bevorzugt d_{50} von $0,05$ bis $0,8 \mu\text{m}$, speziell bevorzugt von $0,05$ bis $0,5 \mu\text{m}$ und ganz speziell bevorzugt von $0,08$ bis $0,25 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$, bevorzugt $d_{90} < 1,8 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt d_{90} von $0,1$ bis $1,5 \mu\text{m}$, ganz besonders bevorzugt d_{90} von $0,1$ bis $1,0 \mu\text{m}$ und insbesondere
20 bevorzugt d_{90} von $0,1$ bis $0,5 \mu\text{m}$ und/oder einen d_{99} -Wert $< 2 \mu\text{m}$, bevorzugt $d_{99} < 1,8 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt $d_{99} < 1,5 \mu\text{m}$, ganz besonders bevorzugt d_{99} von $0,1$ bis $1,0 \mu\text{m}$ und insbesondere bevorzugt d_{99} von $0,25$ bis $1,0 \mu\text{m}$ aufweisen. Alle zuvor genannten Partikelgrößen beziehen sich auf die
25 Partikelgrößenbestimmung mittels TEM-Analyse und Bildauswertung.

Bei den erfindungsgemäßen amorphen Feststoffen kann es sich um Gele aber auch um andersartige amorphe Feststoffe handeln. Bevorzugt handelt es sich um Feststoffe enthaltend oder
30 bestehend aus zumindest einem Metall und/oder Metalloxid, insbesondere um amorphe Oxide von Metallen der 3. und 4. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente. Dies gilt sowohl für die Gele als auch für die amorphen Feststoffe mit andersartiger Struktur. Besonders bevorzugt sind gefällte
35 Kieselsäuren, pyrogene Kieselsäuren, Silikate und Silicagele,

wobei Silicagele sowohl Hydro- als auch Aero- als auch Xerogele umfassen.

In einer ersten speziellen Ausführungsform handelt es sich bei den erfindungsgemäßen, amorphen Feststoffe um partikelförmige
5 Feststoffe enthaltend Aggregate und/oder Agglomerate, dabei insbesondere um gefällte Kieselsäuren und/oder pyrogene Kieselsäure und/oder Silikate und/oder Gemische davon, mit einer mittleren Partikelgröße $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$, bevorzugt $d_{50} < 1 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt d_{50} von 0,01 bis $1 \mu\text{m}$, ganz besonders
10 bevorzugt d_{50} von 0,05 bis $0,9 \mu\text{m}$, insbesondere bevorzugt d_{50} von 0,05 bis $0,8 \mu\text{m}$, speziell bevorzugt von 0,05 bis $0,5 \mu\text{m}$ und ganz speziell bevorzugt von 0,1 bis $0,25 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$, bevorzugt $d_{90} < 1,8 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt d_{90} von 0,1 bis $1,5 \mu\text{m}$, ganz besonders bevorzugt d_{90} von 0,1 bis $1,0 \mu\text{m}$,
15 insbesondere bevorzugt d_{90} von 0,1 bis $0,5 \mu\text{m}$ und speziell bevorzugt d_{90} von 0,2 bis $0,4 \mu\text{m}$ und/oder einen d_{99} -Wert $< 2 \mu\text{m}$, bevorzugt $d_{99} < 1,8 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt $d_{99} < 1,5 \mu\text{m}$, ganz besonders bevorzugt d_{99} von 0,1 bis $1,0 \mu\text{m}$, insbesondere
20 bevorzugt d_{99} von 0,25 bis $1,0 \mu\text{m}$ und speziell bevorzugt d_{99} von 0,25 bis $0,8 \mu\text{m}$. Ganz besonders bevorzugt sind hierbei gefällte Kieselsäuren, da diese im Vergleich zu pyrogenen Kieselsäuren wesentlich kostengünstiger sind. Alle zuvor genannten Partikelgrößen beziehen sich auf die Partikelgrößenbestimmung mittels TEM-Analyse und Bildauswertung.

25 In einer zweiten speziellen Ausführungsform handelt es sich bei den erfindungsgemäßen, amorphen Feststoffen um Gele, bevorzugt um Silicagele, insbesondere um Xerogele oder Aerogele, mit einer mittleren Partikelgröße $d_{50} < 1,5 \mu\text{m}$, bevorzugt $d_{50} < 1 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt d_{50} von 0,01 bis $1 \mu\text{m}$, ganz besonders
30 bevorzugt d_{50} von 0,05 bis $0,9 \mu\text{m}$, insbesondere bevorzugt d_{50} von 0,05 bis $0,8 \mu\text{m}$, speziell bevorzugt von 0,05 bis $0,5 \mu\text{m}$ und ganz speziell bevorzugt von 0,1 bis $0,25 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$, bevorzugt d_{90} 0,05 bis $1,8 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt d_{90} von 0,1 bis $1,5 \mu\text{m}$, ganz besonders bevorzugt d_{90} von 0,1 bis
35 $1,0 \mu\text{m}$, insbesondere bevorzugt d_{90} von 0,1 bis $0,5 \mu\text{m}$ und speziell bevorzugt d_{90} von 0,2 bis $0,4 \mu\text{m}$ und/oder einen d_{99} -Wert

< 2 μm , bevorzugt $d_{99} < 1,8 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt d_{99} von 0,05 bis 1,5 μm , ganz besonders bevorzugt d_{99} von 0,1 bis 1,0 μm , insbesondere bevorzugt d_{99} von 0,25 bis 1,0 μm und speziell bevorzugt d_{99} von 0,25 bis 0,8 μm . Alle zuvor genannten

5 Partikelgrößen beziehen sich auf die Partikelgrößenbestimmung mittels TEM-Analyse und Bildauswertung.

In einer weiteren, noch spezielleren Ausführungsform 2a, handelt es sich um ein engporiges Xerogel, das neben den bereits in Ausführungsform 2 enthaltenen d_{50} -, d_{90} - und d_{99} -
10 Werten zusätzlich ein Porenvolumen von 0,2 bis 0,7 ml/g, bevorzugt 0,3 bis 0,4 ml/g aufweist.

In einer weiteren, noch spezielleren Ausführungsform 2b, handelt es sich um ein Xerogel, das neben den bereits in Ausführungsform 2 enthaltenen d_{50} -, d_{90} - und d_{99} -Werten ein
15 Porenvolumen von 0,8 bis 1,4 ml/g, bevorzugt 0,9 bis 1,2 ml/g aufweist.

In einer weiteren, noch spezielleren Ausführungsform 2c, handelt es sich um ein Xerogel, das neben den bereits in Ausführungsform 2 enthaltenen d_{50} -, d_{90} - und d_{99} -Werten
20 zusätzlich ein Porenvolumen von 1,5 bis 2,1 ml/g, bevorzugt 1,7 bis 1,9 ml/g aufweist.

Die Reaktionsbedingungen und die physikalisch/chemischen Daten der erfindungsgemäßen Fällungskieselsäuren werden mit den folgenden Methoden bestimmt:

25 **Partikelgrößenbestimmungen**

In den nachfolgenden Beispielen werden an verschiedenen Stellen Partikelgrößen genannt, die nach einer der drei nachfolgenden Methoden gemessen wurden. Grund dafür ist, dass sich die dort genannten Partikelgrößen über einen sehr weiten
30 Partikelgrößenbereich (~100 nm bis 1000 μm) erstrecken. Je nach zu erwartender Partikelgröße der zu untersuchenden Probe kann

daher jeweils eine andere der drei Partikelgrößenmessmethoden in Frage kommen.

Partikel mit einer zu erwartenden mittleren Partikelgröße ca. > 50 µm wurden mittels Siebung bestimmt. Partikel mit einer zu erwartenden mittleren Partikelgröße von ca. 1 - 50 µm wurden mittels der Laserbeugungsmethode untersucht und für Partikel mit einer zu erwartenden mittleren Partikelgröße < 1,5 µm wurde die TEM-Analyse + Bildauswertung verwendet.

Welche Methode zur Ermittlung der in den Beispielen genannten Partikelgrößen verwendet wurde, ist jeweils in den Tabellen mittels Fußnote angegeben. Die Partikelgrößen, die in den Ansprüchen genannt sind, beziehen sich ausschließlich auf die Bestimmung der Partikelgröße mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) in Kombination mit Bildanalyse.

1. Bestimmung der Partikelverteilung mittels Siebung

Zur Bestimmung der Partikelverteilung werden die Siebfraktionen mittels einer Schüttelmaschine (Retsch AS 200 Basic) ermittelt.

Für die Siebanalyse werden die Prüfsiebe mit definierter Maschenweite in folgender Reihenfolge aufeinander gestapelt:

Staubwanne, 45 µm, 63 µm, 125µm, 250 µm, 355 µm, 500 µm.

Der so entstandene Siebturm wird auf der Siebmaschine befestigt. Zur Siebung werden 100 g Feststoff auf 0,1 g genau eingewogen und auf das oberste Sieb des Siebturms gegeben. Es wird 5 Minuten bei einer Amplitude von 85 geschüttelt.

Nach dem automatischen Abschalten der Siebung werden die einzelnen Fraktionen auf 0,1 g genau zurück gewogen. Die Fraktionen müssen direkt nach dem Schütteln ausgewogen werden,

da es durch Feuchtigkeitsverluste sonst zu Ergebnisverfälschungen kommen kann.

Die zusammenaddierten Gewichte der einzelnen Fraktionen sollten mindestens 95 g ergeben, um das Ergebnis verwerten zu können.

5

2. Bestimmung der Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugung (Horiba LA 920)

Die Bestimmung der Partikelverteilung erfolgt nach dem Prinzip der Laserbeugung auf einem Laserdiffraktometer (Fa. Horiba, LA-
10 920).

Zunächst wird die Probe des amorphen Feststoffs in 100 ml Wasser ohne Zusatz von Dispergieradditiven in einem 150 ml Becherglas (Durchmesser: 6 cm) so dispergiert, das eine Dispersion mit einem Gewichtsanteil von 1 Gew.-% SiO₂ entsteht.
15 Diese Dispersion wird danach mit einem Ultraschallfinger (Dr. Hielscher UP400s, Sonotrode H7) über einen Zeitraum von 5 min intensiv (300 W, nicht gepulst) dispergiert. Dafür ist der Ultraschallfinger so anzubringen, das dessen unteres Ende bis
20 ca. 1 cm über dem Boden des Becherglases eintaucht. Unmittelbar im Anschluss an die Dispergierung wird von einer Teilprobe der mit Ultraschall beanspruchten Dispersion mit dem Laserdiffraktometer (Horiba LA-920) die Partikelgrößenverteilung bestimmt. Für die Auswertung mit der mitgelieferten Standardsoftware des Horiba LA-920 ist ein
25 Brechungsindex von 1,09 zu wählen.

Alle Messungen erfolgen bei Raumtemperatur. Die Partikelgrößenverteilung sowie die relevanten Größen wie z. B. die Partikelgröße d₉₀ und d₉₉ werden vom Gerät automatisch berechnet und grafisch dargestellt. Es sind die Hinweise in der
30 Bedienungsanleitung zu beachten.

3. Bestimmung der Partikelgröße mittels Transmissionselektronen-mikroskopie (TEM) und Bildanalyse

Die Erstellung der transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen (TEM) erfolgt in Anlehnung an ASTM D 3849-02.

5 Für die bildanalytischen Messungen wird ein
Transmissionselektronenmikroskop (Fa. Hitachi H-7500, mit einer
max. Beschleunigungsspannung von 120 KV) verwendet. Die
digitale Bildverarbeitung erfolgt durch eine Software der Firma
Soft Imaging Systems (SIS, Münster/Westfalen). Es wird die
10 Programmversion iTEM 5.0 verwendet.

Für die Bestimmungen werden ca. 10 - 15 mg des amorphen
Feststoffs in einem Isopropanol/Wasser- Gemisch (20 ml
Isopropanol / 10 ml destilliertes Wasser) dispergiert und 15
min lang mit Ultraschall (Ultraschallprozessor UP 100, Fa. Dr.
15 Hielscher GmbH, HF - Leistung 100 W, HF - Frequenz 35 kHz)
behandelt. Danach wird aus der fertigen Dispersion eine kleine
Menge (ca.1 ml) entnommen und anschließend auf das
Trägernetzchen aufgebracht. Die überschüssige Dispersion wird
mit Filterpapier aufgesaugt. Danach wird das Netzchen
20 getrocknet.

Die Wahl der Vergrößerung ist in der ITEM WK 5338 (ASTM)
beschrieben und ist abhängig von der Primärpartikelgröße des zu
untersuchenden amorphen Feststoffs. Üblicherweise wird bei
Kieselsäuren die elektronenoptische Vergrößerung 50000:1 und
25 die Endvergrößerung 200000:1 gewählt. Für die digitalen
Aufnahmesysteme legt die ASTM D 3849 in Abhängigkeit von der
Primärpartikelgröße des zu messenden amorphen Feststoffs die
geeignete Auflösung in nm/Pixel fest.

Die Aufnahmebedingungen müssen so zusammengestellt werden, dass
30 die Reproduzierbarkeit der Messungen gewährleistet werden kann.

Die anhand der TEM-Aufnahmen zu charakterisierenden
Einzelpartikel müssen mit genügend scharfen Konturen abgebildet

sein. Die Verteilung der Partikel sollte nicht zu dicht sein. Die Teilchen sollten möglichst voneinander getrennt vorliegen. Es sollten möglichst wenige Überlappungen vorliegen.

Nach Durchmusterung verschiedener Bildausschnitte eines TEM-
5 Präparates werden entsprechend geeignete Bereiche ausgewählt. Hierbei ist zu beachten, dass das Verhältnis von kleinen, mittleren und großen Partikeln für die jeweilige Probe repräsentativ und charakteristisch ist und keine selektive Bevorzugung kleiner oder großer Partikel durch den Operator
10 erfolgt.

Die Gesamtzahl der zu messenden Aggregate hängt ab vom Streubereich der Aggregatgrößen: Je größer dieser ist, umso mehr Teilchen müssen erfasst werden, um zu einer adäquaten statistischen Aussage zu gelangen. Bei Kieselsäuren werden ca.
15 2500 Einzelteilchen gemessen.

Die Bestimmung der Primärpartikelgrößen und -größenverteilungen erfolgt anhand von speziell für diesen Zweck erstellte TEM-Aufnahmen, diese werden mittels eines Teilchengrößenanalysator TGZ3 nach Endter und Gebauer (Vertrieb: Fa. Carl ZEISS)
20 analysiert. Das gesamte Messverfahren wird durch die Analysesoftware DASyLab 6.0 - 32 unterstützt.

Zunächst werden die Messbereiche gemäß Größenbereich der zu untersuchenden Partikel kalibriert (Bestimmung der kleinsten und größten Partikel), danach erfolgen die Messungen. Eine
25 vergrößerte Transparentfolie einer TEM-Aufnahme wird auf dem Auswertepult so positioniert, dass der Schwerpunkt eines Teilchens etwa in der Mitte der Messmarke liegt. Danach wird durch Drehen des Handrades am TGZ3 der Durchmesser der kreisrunden Messmarke so lange verändert, bis eine möglichst
30 gute Flächengleichheit mit dem zu analysierenden Bildobjekt erreicht ist.

Häufig sind die zu analysierenden Strukturen nicht kreisrund. Dann gilt, dass die über die Messmarke hinausragenden

Flächenabschnitte der Partikel denjenigen Flächenabschnitten der Messmarke, die außerhalb der Teilchenbegrenzung liegen, angeglichen werden müssen. Ist dieser Abgleich erfolgt, so wird durch Betätigung eines Fußschalters der eigentliche Zählvorgang
5 ausgelöst. Das Teilchen im Bereich der Messmarke wird durch einen herunterschlagenden Markierstift gelocht.

Danach wird die TEM-Folie wiederum auf dem Auswertepult verschoben, bis ein neues Teilchen unter der Messmarke justiert ist. Es erfolgt eine erneute Abgleich- und Zählprozedur. Dieses
10 wird wiederholt bis alle der Auswertestatistik gemäß benötigten Teilchen charakterisiert sind.

Die Anzahl der zu zählenden Partikel hängt ab vom Streubereich der Partikelgröße: Je größer dieser ist, umso mehr Teilchen müssen erfasst werden, um zu einer adäquaten statistischen
15 Aussage zu gelangen. Bei Kieselsäuren werden ca. 2500 Einzelteilchen gemessen.

Nach Beendigung der Auswertung werden die Werte der Einzelzählwerke protokolliert.

Als mittlerer Partikelgröße d_{50} wird der Mittelwert der
20 Äquivalenzdurchmesser aller ausgewerteten Partikel angegeben. Zur Ermittlung der Partikelgrößen d_{90} und d_{99} werden die Äquivalenzdurchmesser aller ausgewerteten Partikel in Klassen von jeweils 25 nm (0-25 nm, 25-50 nm, 50-100 nm, ... 925-950 nm, 950-975 nm, 975-1000 nm) eingeteilt und die Häufigkeiten in den
25 jeweiligen Klassen ermittelt. Aus der kumulative Darstellung dieser Häufigkeitsverteilung können die Partikelgrößen d_{90} (d.h. 90 % der ausgewerteten Partikel haben einen kleineren Äquivalenzdurchmesser) und d_{99} bestimmt werden.

30 **Bestimmung der spezifischen Oberfläche (BET)**

Die spezifische Stickstoff-Oberfläche (im folgenden BET-Oberfläche genannt) der pulverförmigen Feststoffe wird in Anlehnung an ISO 5794-1/Annex D mit dem Gerät TRISTAR 3000 (Fa. Micromeritics) nach der Multipointbestimmung gemäß DIN ISO 9277
5 ermittelt.

Bestimmung des N₂-Porenvolumens und der Porenradienverteilung mesoporöser Feststoffe durch Stickstoffsorption

Das Meßprinzip beruht auf der Stickstoffsorption bei 77 K
10 (volumetrische Methode) und kann für mesoporöse Feststoffe (2 nm bis 50 nm Porendurchmesser) eingesetzt werden.

Die Bestimmung der Porengrößenverteilung wird nach DIN 66134 (Bestimmung der Porengrößenverteilung und der spezifischen Oberfläche mesoporöser Feststoffe durch Stickstoffsorption;
15 Verfahren nach Barrett, Joyner und Halenda (BJH)) durchgeführt.

Eine Trocknung der amorphen Feststoffe erfolgt im Trockenschrank. Die Probenvorbereitung und Messung erfolgt mit dem Gerät ASAP 2400 (Fa. Micromeritics). Als Meßgase werden Stickstoff 5.0 und Helium 5.0 eingesetzt. Als Kältebad dient
20 flüssiger Stickstoff. Einwaagen werden mit einer Analysenwaage in [mg] auf eine Nachkommastelle genau bestimmt.

Die zu untersuchende Probe wird bei 105 °C für 15-20 h vorgetrocknet. Davon werden 0,3 bis 1 g in ein Probengefäß eingewogen. Das Probengefäß wird an das Gerät ASAP 2400
25 angeschlossen und bei 200 °C 60 min lang unter Vakuum (Endvakuum < 10 µm Hg) ausgeheizt. Die Probe kühlt unter Vakuum auf Raumtemperatur ab, wird mit Stickstoff überschichtet und gewogen. Die Differenz zum Gewicht des mit Stickstoff gefüllten Probengefäßes ohne Feststoff ergibt die exakte Einwaage.

30 Die Messung erfolgt laut der Bedienungsanweisung des ASAP 2400.

Zur Auswertung des N₂-Porenvolumens (Porendurchmesser < 50 nm) wird das adsorbierte Volumen anhand des Desorptionsastes (Porenvolumen für Poren mit einem Porendurchmesser < 50 nm) ermittelt.

- 5 Die Porenradienverteilung wird anhand der gemessenen Stickstoffisothermen nach der BJH-Methode (E.P. Barrett, L. G. Joyner, P.H. Halenda, J. Amer. Chem. Soc., vol. 73, 373 (1951)) berechnet und als Verteilungskurve dargestellt.

Die mittlere Porenweite (Porendurchmesser; APD) errechnet sich nach der Wheeler-Gleichung

$$\text{APD [nm]} = 4000 * \text{Mesoporenvolumen [cm}^3\text{/g]} / \text{BET-Oberfläche [m}^2\text{/g]}.$$

Bestimmung der Feuchte bzw. des Trocknungsverlustes

- 15 Die Feuchte von amorphen Feststoffen wird gemäß DIN EN ISO 787-2 nach 2-stündiger Trocknung in einem Umlufttrockenschrank bei 105 °C bestimmt. Dieser Trocknungsverlust besteht überwiegend aus Wasserfeuchtigkeit.

Bestimmung des pH-Wertes

- Die Bestimmung des pH-Wertes der amorphen Feststoffe erfolgt als 5%ige wässrige Suspension bei Raumtemperatur in Anlehnung DIN EN ISO 787-9. Gegenüber den Vorgaben dieser Norm wurden die Einwaagen verändert (5,00 g SiO₂ auf 100 ml entionisiertes Wasser).

Bestimmung der DBP-Aufnahme

Die DBP-Aufnahme (DBP-Zahl), die ein Maß für die Saugfähigkeit von amorphen Feststoffen ist, wird in Anlehnung an die Norm DIN 53601 wie folgt bestimmt:

12.50 g pulverförmiger, amorpher Feststoff (Feuchtegehalt
5 4 ± 2 %) werden in die Kneterkammer (Artikel Nummer 279061) des Brabender-Absorptometer ``E`` gegeben (ohne Dämpfung des Ausgangsfilters des Drehmomentaufnehmers). Unter ständigem Mischen (Umlaufgeschwindigkeit der Kneterschaukeln 125 U/min) tropft man bei Raumtemperatur durch den „Dosimaten Brabender T
10 90/50“ Dibutylphthalat mit einer Geschwindigkeit von 4 ml/min in die Mischung. Das Einmischen erfolgt mit nur geringem Kraftbedarf und wird anhand der Digitalanzeige verfolgt. Gegen Ende der Bestimmung wird das Gemisch pastös, was mittels eines steilen Anstieges des Kraftbedarfs angezeigt wird. Bei einer
15 Anzeige von 600 digits (Drehmoment von 0.6 Nm) wird durch einen elektrischen Kontakt sowohl der Knetter als auch die DBP-Dosierung abgeschaltet. Der Synchronmotor für die DBP-Zufuhr ist mit einem digitalen Zählwerk gekoppelt, so dass der Verbrauch an DBP in ml abgelesen werden kann.

20 Die DBP-Aufnahme wird in der Einheit [g/100g] ohne Nachkommastellen angegeben und anhand der folgenden Formel berechnet:

$$DBP = \frac{V * D * 100}{E} * \frac{g}{100g} + K$$

mit DBP = DBP-Aufnahme in g/100g

25 V = Verbrauch an DBP in ml

D = Dichte von DBP in g/ml (1,047 g/ml bei 20 °C)

E = Einwaage an Kieselsäure in g

K = Korrekturwert gemäß Feuchtekorrekturtabelle in g/100g

30 Die DBP-Aufnahme ist für wasserfreie, amorphe Feststoffe definiert. Bei Verwendung von feuchten Fällungskieselsäuren oder Silicagelen ist der Korrekturwert K für die Berechnung der

DBP-Aufnahme zu berücksichtigen. Dieser Wert kann anhand der folgenden Korrekturtabelle ermittelt werden, z. B. würde ein Wassergehalt der Kieselsäure von 5.8 % einen Zuschlag von 33 g/(100 g) für die DBP-Aufnahme bedeuten. Die Feuchte der Kieselsäure oder des Silicagels wird gemäß der nachfolgend beschriebenen Methode „Bestimmung der Feuchte bzw. des Trocknungsverlusts“ ermittelt.

10

Feuchtekorrekturtabelle für Dibutylphthalataufnahme - wasserfrei-

% Feuchte	.% Feuchte				
	.0	.2	.4	.6	.8
0	0	2	4	5	7
1	9	10	12	13	15
2	16	18	19	20	22
3	23	24	26	27	28
4	28	29	29	30	31
5	31	32	32	33	33
6	34	34	35	35	36
7	36	37	38	38	39

8	39	40	40	41	41
9	42	43	43	44	44
10	45	45	46	46	47

5

Bestimmung der Stampfdichte

Die Bestimmung der Stampfdichte erfolgt in Anlehnung an DIN EN ISO 787-11.

10 Eine definierte Menge einer zuvor nicht gesiebten Probe wird in einen graduierten Glaszylinder eingefüllt und mittels eines Stampfvolumeters einer festgelegten Anzahl von Stampfungen unterzogen. Während der Stampfung verdichtet sich die Probe. Als Ergebnis der durchgeführten Untersuchung erhält man die Stampfdichte.

15 Die Messungen werden auf einem Stampfvolumeter mit Zählwerk der Fa. Engelsmann, Ludwigshafen, Typ STAV 2003, durchgeführt.

Zunächst wird ein 250 ml Glaszylinder auf einer Präzisionswaage tariert. Anschliessend werden 200 ml des amorphen Feststoffs mit Hilfe eines Pulvertrichters so in den tarierten Meßzylinder
20 eingefüllt, dass sich keine Hohlräume bilden. Anschliessend wird die Probenmenge auf 0,01 g genau gewogen. Danach wird leicht an den Zylinder geklopft, so dass die Oberfläche der Kieselsäure im Zylinder waagrecht ist. Der Meßzylinder wird in

den Meßzylinderhalter des Stampfvolumeters eingesetzt und 1250 mal gestampft. Das Volumen der gestampften Probe wird nach einmaligem Stampfdurchgang auf 1 ml genau abgelesen.

Die Stampfdichte $D(t)$ berechnet sich wie folgt:

$$5 \quad D(t) = m * 1000 / V$$

$D(t)$: Stampfdichte [g/l]

V : Volumen der Kieselsäure nach dem Stampfen [ml]

m : Masse der Kieselsäure [g]

10 Bestimmung der Alkalizahl

Als Alkalizahl-Bestimmung (AZ), versteht man den Verbrauch an Salzsäure in ml (bei 50 ml Probevolumen, 50 ml dest. Wasser und einer verwendeten Salzsäure der Konzentration 0.5 mol/l) bei einer direkten potentiometrischen Titration von alkalischen
15 Lösungen, bzw. Suspensionen bis zu einem pH-Wert von 8.30. Man erfasst hiermit den freien Alkaligehalt der Lösung bzw. Suspension.

Das pH-Gerät (Fa. Knick, Typ: 766 pH-Meter Calimatic mit Temperaturfühler) und die pH-Elektrode (Einstabmesskette der
20 Fa. Schott, Typ N7680) werden mit Hilfe zweier Pufferlösungen (pH = 7.00 und pH = 10.00) bei Raumtemperatur kalibriert. Die Einstabmesskette wird in die auf 40 °C temperierte Meßlösung bzw. -suspension bestehend aus 50.0 ml Probe und 50.0 ml entionisiertem Wasser getaucht. Anschließend gibt man
25 tropfenweise Salzsäure-Lösung der Konzentration 0.5 mol/l hinzu, bis sich ein konstanter pH-Wert von 8.30 einstellt. Auf Grund des sich erst langsam einstellenden Gleichgewichts zwischen der Kieselsäure und dem freien Alkaligehalt bedarf es einer Wartezeit von 15 min bis zu einem endgültigen Ablesen des

Säureverbrauchs. Bei den gewählten Stoffmengen und Konzentrationen entspricht der abgelesene Salzsäureverbrauch in ml direkt der Alkalizahl, welche dimensionslos angegeben wird.

Die nachfolgenden Beispiele dienen wie bereits ausgeführt der Veranschaulichung und näheren Erläuterung der Erfindung,
5 schränken diese jedoch in keiner Weise ein.

10

Ausgangsmaterialien:

Silica 1:

Die als zu vermahlendes Ausgangsmaterial eingesetzte gefällte Kieselsäure, wurde entsprechend dem nachfolgenden Verfahren
15 hergestellt:

Das an verschiedenen Stellen in der nachfolgenden Vorschrift zur Herstellung der Silica 1 eingesetzte Wasserglas und die Schwefelsäure werden wie folgt charakterisiert:

Wasserglas: Dichte 1,348 kg/l, 27,0 Gew.-% SiO₂, 8,05
20 Gew.-% Na₂O

Schwefelsäure: Dichte 1,83 kg/l, 94 Gew.-%

In einem 150 m³ Fällbehälter mit Schrägboden, MIG-Schrägb-
blattrührsystem und Ekato-Fluid-Scherturbine werden 117 m³
Wasser vorgelegt und 2,7 m³ Wasserglas zugegeben. Das
25 Verhältnis von Wasserglas zu Wasser wird dabei so eingestellt,
dass sich eine Alkalizahl von 7 ergibt. Anschließend wird die

Vorlage auf 90 °C aufgeheizt. Nach Erreichen der Temperatur werden für die Dauer von 75 min gleichzeitig Wasserglas mit einer Dosierate von 10,2 m³/h und Schwefelsäure mit einer Dosierate von 1,55 m³/h unter Rühren zudosiert. Danach werden
5 für weitere 75 min unter Rühren bei 90 °C gleichzeitig Wasserglas mit einer Dosierate von 18,8 m³/h und Schwefelsäure mit einer Dosierate von 1,55 m³/h zugegeben. Während der gesamten Zugabezeit wird die Dosierate der Schwefelsäure bei Bedarf so korrigiert, dass während dieser Zeitdauer eine
10 Alkalizahl von 7 eingehalten wird.

Danach wird die Wasserglasdosierung abgeschaltet. Anschließend wird innerhalb von 15 min Schwefelsäure so zugegeben, dass sich danach ein pH-Wert von 8,5 einstellt. Bei diesem pH-Wert wird die Suspension für die Dauer von 30 min gerührt (= gealtert).
15 Danach wird durch Zugabe von Schwefelsäure innerhalb von ca. 12 min der pH-Wert der Suspension auf 3,8 eingestellt. Während der Fällung, der Alterung und der Ansäuerung wird die Temperatur der Fällsuspension bei 90 °C gehalten.

Die erhaltene Suspension wird mit einer Membranfilterpresse
20 filtriert und der Filterkuchen mit entionisiertem Wasser gewaschen, bis im Waschwasser eine Leitfähigkeit von < 10 mS/cm festzustellen ist. Der Filterkuchen liegt dann mit einem Feststoffgehalt von < 25 % vor.

Die Trocknung des Filterkuchen erfolgt in einem Spin-Flash-
25 Trockner.

Die Daten von Silica 1 sind in Tabelle 1 angegeben.

Hydrogel - Herstellung

Aus Wasserglas (Dichte 1,348 kg/l, 27,0 Gew.-% SiO₂, 8,05 Gew.-%
30 Na₂O) und 45 %-iger Schwefelsäure wird ein Silicagel (= Hydrogel) hergestellt.

Dazu werden 45 Gew.-%ige Schwefelsäure und Natronwasserglas intensiv so vermischt, dass sich ein Reaktandenverhältnis entsprechend einem Überschuß an Säure (0.25 N) und einer SiO₂-Konzentration von 18.5 Gew.-% einstellt. Das dabei entstandene Hydrogel wird über Nacht (ca. 12 h) gelagert und dann auf eine Partikelgröße von ca. 1 cm gebrochen. Es wird mit entionisiertem Wasser bei 30 - 50 °C gewaschen, bis die Leitfähigkeit des Waschwassers unterhalb 5 mS/cm liegt.

10

Silica 2 (Hydrogel)

Das wie oben beschrieben hergestellte Hydrogel wird unter Ammoniakzugabe bei pH 9 und 80 °C für 10 - 12 Stunden gealtert, und dann mit 45 Gew.-%iger Schwefelsäure auf pH 3 eingestellt. Das Hydrogel hat dann einen Feststoffgehalt von 34 - 35 %. Anschließend wird es auf einer Stiftmühle (Alpine Typ 160Z) auf eine Partikelgröße von ca. 150 µm grob vermahlen. Das Hydrogel hat eine Restfeuchte von 67 %.

Die Daten von Silica 2 sind in Tabelle 1 angegeben.

Silica 3a:

Silica 2 wird mittels Spinflash-Trockners (Anhydro A/S, APV, Typ SFD47, T_{ein} = 350 °C, T_{aus} = 130 °C) so getrocknet, dass es nach der Trocknung eine Endfeuchte von ca. 2 % aufweist.

Die Daten von Silica 3a sind in Tabelle 1 angegeben.

Silica 3b:

Das wie oben beschrieben hergestellte Hydrogel wird bei ca. 80 °C weiter gewaschen, bis die Leitfähigkeit des Waschwassers unter 2 mS/cm liegt und im Umlufttrockenschrank (Fresenberger POH 1600.200) bei 160°C auf eine Restfeuchte von < 5% getrocknet. Um ein gleichmäßigeres Dosierverhalten und Mahlergebnis zu erzielen, wird das Xerogel auf eine Partikelgröße < 100 µm vorzerkleinert (Alpine AFG 200).

Die Daten von Silica 3b sind in Tabelle 1 angegeben.

10

Silica 3c:

Das wie oben beschrieben hergestellte Hydrogel wird unter Ammoniakzugabe bei pH 9 und 80°C für 4 Stunden gealtert, dann mit 45 Gew.-%iger Schwefelsäure auf ca. pH 3 eingestellt und im Umlufttrockenschrank (Fresenberger POH 1600.200) bei 160°C auf eine Restfeuchte von < 5% getrocknet. Um ein gleichmäßigeres Dosierverhalten und Mahlergebnis zu erzielen, wird das Xerogel auf eine Partikelgröße < 100 µm vorzerkleinert (Alpine AFG 200).

20 Die Daten von Silica 3c sind in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1 - Physikalisch-chemische Daten der unvermahlenden Ausgangsmaterialien

		Silica 1	Silica 2	Silica 3a	Silica 3b	Silica 3c
Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugung (Horiba LA 920)						
d ₅₀	[µm]	22,3	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.

d ₉₉	[µm]	85,1	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.
d ₁₀	[µm]	8,8	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.
Partikelgrößenverteilung mittels Siebanalyse						
> 250 µm	%	n.b.	n.b.	n.b.	0,0	0,2
> 125 µm	%	n.b.	n.b.	n.b.	1,06	2,8
> 63 µm	%	n.b.	n.b.	n.b.	43,6	57,8
> 45 µm	%	n.b.	n.b.	n.b.	44,0	36,0
< 45 µm	%	n.b.	n.b.	n.b.	10,8	2,9
Feuchte						
Feuchte	%	4,8	67%	< 3%	< 5%	< 5%
pH-Wert	-	6,7	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.

n.b. = nicht bestimmt

Beispiele 1 - 3: Erfindungsgemäße Vermahlung

Zur Vorbereitung der eigentlichen Vermahlung mit überhitztem Wasserdampf wird eine Fließbettgegenstrahlmühle gemäß Figur 1, 2a und 3a zunächst über die zwei Heizdüsen 5a (wovon in Figur 1 nur eine dargestellt ist), welche mit 10 bar und 160°C heißer Druckluft beaufschlagt werden, bis zu einer Mühlenaustrittstemperatur von ca. 105°C aufgeheizt.

Der Mühle ist zur Abscheidung des Mahlgutes eine Filteranlage nachgeschaltet (nicht in Figur 1 gezeigt), dessen Filtergehäuse im unteren Drittel indirekt über angebrachte Heizschlangen mittels 6 bar Sattedampf ebenfalls zur Verhinderung von
5 Kondensation beheizt wird. Alle Apparateoberflächen im Bereich der Mühle, des Abscheidefilters, sowie der Versorgungsleitungen für Dampf und heißer Druckluft sind besonders isoliert.

Nach Erreichen der gewünschten Aufheiztemperatur wird die Versorgung der Heizdüsen mit heißer Druckluft abgeschaltet und
10 die Beaufschlagung der drei Mahldüsen mit überhitztem Wasserdampf (38 bar(abs), 330°C) gestartet.

Zum Schutz des im Abscheidefilter eingesetzten Filtermittels sowie zur Einstellung eines bestimmten Restwassergehaltes des Mahlgutes von vorzugsweise 2 bis 6 %, wird Wasser in der
15 Startphase und während der Vermahlung in den Mahlraum der Mühle über eine mit Druckluft betriebene Zweistoffdüse in Abhängigkeit von der Mühlenaustrittstemperatur eingedüst.

Mit der Produktaufgabe wird begonnen, wenn die relevanten Prozessparameter (siehe Tabelle 2) konstant sind. Die Regelung
20 der Aufgabemenge erfolgt in Abhängigkeit vom sich einstellenden Sichterstrom. Der Sichterstrom regelt die Aufgabemenge derart, dass ca. 70% des Nennstromes nicht überschritten werden können.

Als Eintragsorgan (4) fungiert dabei ein drehzahlgeregeltes Zellenrad, welches das Aufgabegut aus einem Vorlagebehälter
25 über eine als barometrischer Abschluss dienende Taktschleuse in die unter Überdruck stehende Mahlkammer dosiert.

Die Zerkleinerung des Grobgutes erfolgt in den expandierenden Dampfstrahlen (Mahlgas). Gemeinsam mit dem entspannten Mahlgas steigen die Produktpartikel im Zentrum des Mühlenbehälters zum
30 Sichter auf. Je nach eingestellter Sichterzahl und Mahldampfmenge (siehe Tabelle 1) gelangen die Partikel, die eine ausreichende Feinheit aufweisen mit dem Mahldampf in den Feingutaustritt und von dort in das nachgeschaltete

Abscheidesystem, während zu grobe Partikel zurück in die Mahlzone gelangen und einer nochmaligen Zerkleinerung unterworfen werden. Der Austrag des abgeschiedenen Feingutes aus dem Abscheidefilter in die nachfolgende Silierung und

5 Abpackung geschieht mittels Zellenradschleuse.

Der an den Mahldüsen herrschende Mahldruck des Mahlgases, bzw. die daraus resultierenden Mahlgasmenge in Verbindung mit der Drehzahl des dynamischen Schaufelradsichters bestimmen die Feinheit der Kornverteilungsfunktion sowie die Oberkorngrenze.

10 Die relevanten Prozeßparameter können Tabelle 2, die Produktparameter Tabelle 3 entnommen werden:

Tabelle 2

Beispiel		Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3a	Beispiel 3b	Beispiel 3c
Ausgangsmaterial		Silica 1	Silica 2	Silica 3a	Silica 3b	Silica 3c
Düsendurchmesser	[mm]	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Düsentyp		Laval	Laval	Laval	Laval	Laval
Anzahl	[Stück]	3	3	3	3	3
Mühleninnen- druck	[bar abs.]	1,306	1,305	1,305	1,304	1,305
Eintritts- druck	[bar abs.]	37,9	37,5	36,9	37,0	37,0

Eintritts- temperatur	[°C]	325	284	327	324	326
Mühlenaus- tritts- temperatur	[°C]	149,8	117	140,3	140,1	139,7
Sichter- drehzahl	[min ⁻¹]	5619	5500	5491	5497	5516
Sichterstrom	[A%]	54,5	53,9	60,2	56,0	56,5
Tauchrohr- durchmesser	[mm]	100	100	100	100	100

Tabelle 3

		Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3a	Beispiel 3b	Beispiel 3c
d ₅₀ ¹⁾	nm	125	106	136	140	89
d ₉₀ ¹⁾	nm	275	175	275	250	200
d ₉₉ ¹⁾	nm	525	300	575	850	625
BET-Ober- fläche	m ² /g	122	354	345	539	421
N ₂ -Poren- volumen	ml/g	n.b.	1,51	1,77	0,36	0,93
Mittlere Porenweite	nm	n.b.	17,1	20,5	2,7	8,8

DBP (wasser- frei)	g/100g	235	293	306	124	202
Stampf- dichte	g/l	42	39	36	224	96
Trocknungs- verlust	%	4,4	6,1	5,5	6,3	6,4

1) Bestimmung der Partikelgrößenverteilung mittels
Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und Bildanalyse

Bezugszeichenliste

	1	Strahlmühle
	2	zylindrisches Gehäuse
5	3	Mahlkammer
	4	Mahlgutaufgabe
	5	Mahlstrahleinlass
	5a	Heizdüsen
	6	Produktauslass
10	7	Windsichter
	8	Sichtrad
	8a	Sichterspalt
	9	Einlassöffnung oder Einlassdüse
	10	Mahlstrahl
15	11	Heizquelle
	12	Heizquelle
	13	Zuführungsrohr
	14	temperaturisolierender Mantel
	15	Einlass

16	Auslass
17	Zentrum der Mahlkammer
18	Reservoir- oder Erzeugungseinrichtung
19	Leitungseinrichtungen
5	20 Austrittsstutzen
21	Sichtergehäuse
22	Gehäuseoberteil
23	Gehäuseunterteil
24	Umfangsflansch
10	25 Umfangsflansch
26	Gelenk
27	Pfeil
28	Sichtraumgehäuse
28a	Tragarme
15	29 Austragkonus
30	Flansch
31	Flansch
32	Deckscheibe
33	Deckscheibe
20	34 Schaufel

	35	Sichtradwelle
	35a	Drehlager
	35b	Wellendurchführung
	36	obere bearbeitete Platten
5	37	untere bearbeitete Platte
	38	Gehäuseendabschnitt
	39	Produktaufgabestutzen
	40	Drehachse
	41	Austrittskammer
10	42	obere Deckplatte
	43	abnehmbarer Deckel
	44	Tragarme
	45	kegelförmiges Ringgehäuse
	46	Ansaugfilter
15	47	Lochplatte
	48	Feingutaustragrohr
	49	Abweiskegel
	50	Sichtlufteintrittsspirale
	51	Grobgutaustrag
20	52	Flansch

- 53 Flansch
- 54 Dispersionszone
- 55 an der Innenkante bearbeitete (angefaste) Flansche und Auskleidung
- 5 56 auswechselbares Schutzrohr
- 57 auswechselbares Schutzrohr
- 58 Feingutaustritt/-auslass
- 59 Schaufelkranz

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Vermahlung amorpher Feststoffe mittels eines Mahlsystems (Mahlapparatur), bevorzugt eines Mahlsystems umfassend eine Strahlmühle, dadurch gekennzeichnet, dass die Mühle in der Mahlphase mit einem Betriebsmittel, ausgewählt aus der Gruppe, die aus Gas und/oder Dampf, bevorzugt Wasserdampf, und/oder einem Gas enthaltend Wasserdampf, besteht, betrieben wird und dass der Mahlraum in einer Aufheizphase, d. h. vor dem eigentlichen Betrieb mit dem Betriebsmittel, derart aufgeheizt wird, dass die Temperatur im Mahlraum und/oder am Mühlenausgang, höher liegt als der Taupunkt des Dampfes und/oder Betriebsmittel.
5
- 15 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Strahlmühle um eine Fließbettgegenstrahlmühle oder eine Dichtbettstrahlmühle oder eine Spiralstrahlmühle handelt.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Mahlsystem bzw. die Mühle in der Aufheizphase mit heißem Gas und/oder einem Gasgemisch, bevorzugt mit heißer Luft und/oder Verbrennungsgasen und/oder Inertgasen und/oder Mischungen davon, betrieben wird.
25
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das heiße Gas und/oder Gasgemisch während der Aufheizphase durch Einlässe, bevorzugt Düsen, in den Mahlraum eingeleitet wird, die sich von denen unterscheiden, durch die das Betriebsmittel während der Mahlphase entspannt wird.
30

5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das heiße Gas und/oder Gasgemisch während der Aufheizphase durch die Einlässe, bevorzugt Düsen, in den Mahlraum eingeleitet wird, durch die auch das Betriebsmittel während der Mahlphase entspannt wird.
5
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Einlässe für das Heizgas, bevorzugt Heizdüsen, und/oder die Einlässe für das Betriebsmittel (Mahlgas), bevorzugt Mahldüsen, in einer Ebene, im unteren Drittes des Mahlraums, so angeordnet sind, dass sich die Heizstrahlen und/oder die Mahlstrahlen alle an einem Punkt im Inneren des Mahlbehälters treffen.
10
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass durch die Mühle zum Abkühlen trockenes Gas und/oder ein trockenes Gasgemisch, bevorzugt trockene Luft und/oder Verbrennungsgas und/oder Inertgas und/oder eine Mischung davon, geleitet wird.
15
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass eine Kondensation des Wasserdampfes an Bauteilen und/oder Anlagenkomponenten des Mahlsystems bzw. der Mühle verhindert wird.
20
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des Betriebsmittels in der Mahlphase im Bereich von 200 bis 800 °C liegt.
25
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck des Betriebsmittels in der Mahlphase im Bereich von 15 bis 250 bar liegt.
30

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass eine Sichtung, bevorzugt mittels eines integrierten und/oder dynamischen Sichters, des Mahlgutes erfolgt.
- 5 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Sichtung mittels eines integrierten dynamischen Schaufelradsichters und/oder Windsichters erfolgt.
- 10 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass eine Strahlmühle (1) mit integriertem dynamischen Windsichter (7) verwendet wird, wobei die Drehzahl eines Sichtrotors oder -rades (8) des Windsichters (7) und das innere Verstärkungsverhältnis $V (= D_i/D_F)$ so gewählt oder
15 eingestellt werden, dass die Umfangsgeschwindigkeit des Betriebsmittels (B) an einem dem Sichtrad zugeordneten Tauchrohr oder Austrittsstutzen (20) bis zum 0,8-fachen der Schallgeschwindigkeit des Betriebsmediums (B) erreicht.
- 20 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass ein Mahlsystem verwendet wird, bei der eine Spülung des Spalts zwischen dem Sichtrad und dem Sichtergehäuse (Sichterspalt) und/oder der Wellendurchführung zwischen der Sichtradwelle und dem
25 Sichtergehäuse möglich ist und/oder durchgeführt wird.
- 30 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass eine Strahlmühle (1) mit integriertem dynamischen Windsichter (7), der ein Sichtrad (8) und eine Sichtradwelle (35) sowie ein Sichtradgehäuse (21) enthält, wobei zwischen dem Sichtrad (8) und dem Sichtradgehäuse (21) ein Sichterspalt (8a) und zwischen der Sichtradwelle (35) und dem Sichtergehäuse (21) eine Wellendurchführung

(35b) gebildet ist, verwendet wird und dass eine Spaltspülung von Sichterspalt (8a) und/oder Wellendurchführung (35b) mit komprimierten Gasen niedrigen Energiegehalts erfolgt.

- 5 16. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 15, dadurch
gekennzeichnet, dass die Mahlgasmenge, die in den
Sichter gelangt derart geregelt wird, dass die
mittlere Partikelgröße (TEM) d_{50} des erhaltenen
Mahlgutes kleiner $1,5 \mu\text{m}$ und/oder der d_{90} -Wert $< 2 \mu\text{m}$
10 und/oder der d_{99} -Wert $< 2 \mu\text{m}$ beträgt.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche Anspruch 1 bis 16,
dadurch gekennzeichnet, dass es sich um bei den
amorphen Feststoffen um Gele oder Partikel enthaltend
Aggregate und/oder Agglomerate, bevorzugt um amorphe
15 Feststoffe enthaltend oder bestehend aus zumindest
einem Metall und/oder zumindest einem Metalloxid,
besonders bevorzugt um amorphe Oxide von Metallen der
3. und 4. Hauptgruppe des Periodensystems der
Elemente, handelt.
- 20 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch
gekennzeichnet, dass amorphe Partikel, die bereits
einem Trocknungsschritt unterworfen wurden, vermahlen
werden.
- 25 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch
gekennzeichnet, dass ein Filterkuchen von amorphen
Partikeln oder ein Hydrogel vermahlen bzw.
gleichzeitig vermahlen und getrocknet wird.
- 30 20. Amorphe pulverförmige Feststoffe mit einer mittleren
Partikelgröße d_{50} (TEM) $< 1,5 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{90} -
Wert (TEM) $< 2 \mu\text{m}$ und/oder einem d_{99} -Wert (TEM) < 2
 μm .

21. Amorphe Feststoffe nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um ein Gel oder um einen partikelförmigen Feststoff enthaltend Aggregate und/oder Agglomerate handelt, bevorzugt um Feststoffe enthaltend oder bestehend aus zumindest einem Metall und/oder Metalloxid, besonders bevorzugt um amorphe Oxide von Metallen der 3. und 4. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente, handelt.
22. Amorphe Feststoffe nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um Silicagele handelt, die zudem ein Porenvolumen von 0,2 bis 0,7 ml/g aufweisen.
23. Amorphe Feststoffe nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um Silicagele handelt, die zudem ein Porenvolumen von 0,8 bis 1,5 ml/g aufweisen.
24. Amorphe Feststoffe nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um Silicagele handelt, die zudem ein Porenvolumen von 1,5 bis 2,1 ml/g aufweisen.
25. Amorphe Feststoffe nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um partikelförmige Feststoffe enthaltend Aggregate und/oder Agglomerate handelt, bevorzugt um Feststoffe enthaltend oder bestehend aus zumindest einem Metall und/oder Metalloxid, besonders bevorzugt um amorphe Oxide von Metallen der 3. und 4. Hauptgruppe des Periodensystems der Elemente, handelt.
26. Verwendung der amorphen Feststoffe nach einem der Ansprüche 20 - 25 in Beschichtungssystemen.

27. Beschichtungsmittel enthaltend zumindest einen amorphen Feststoff nach einem der Ansprüche 20 - 26.

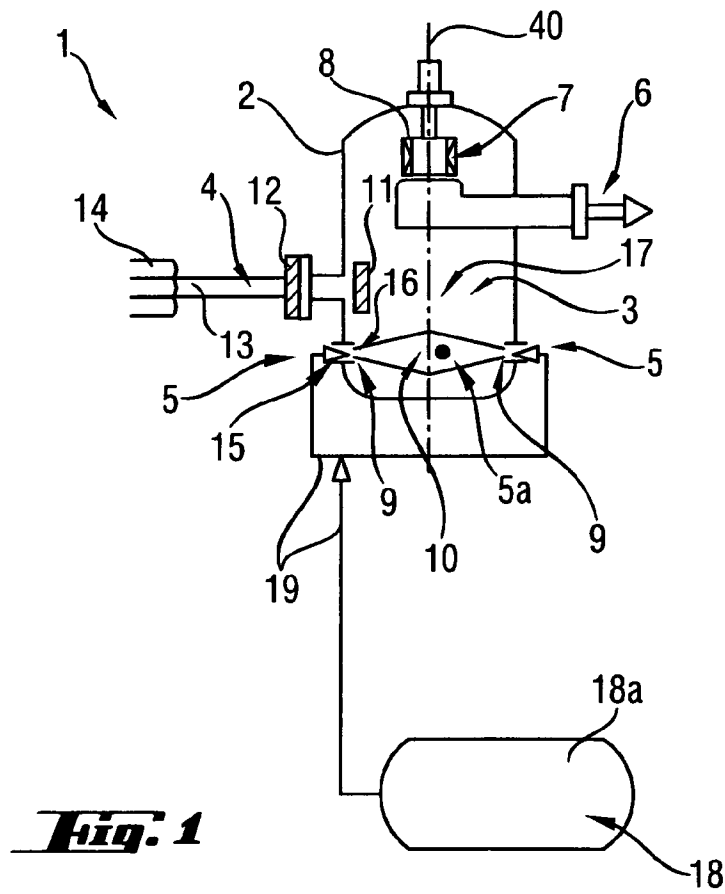
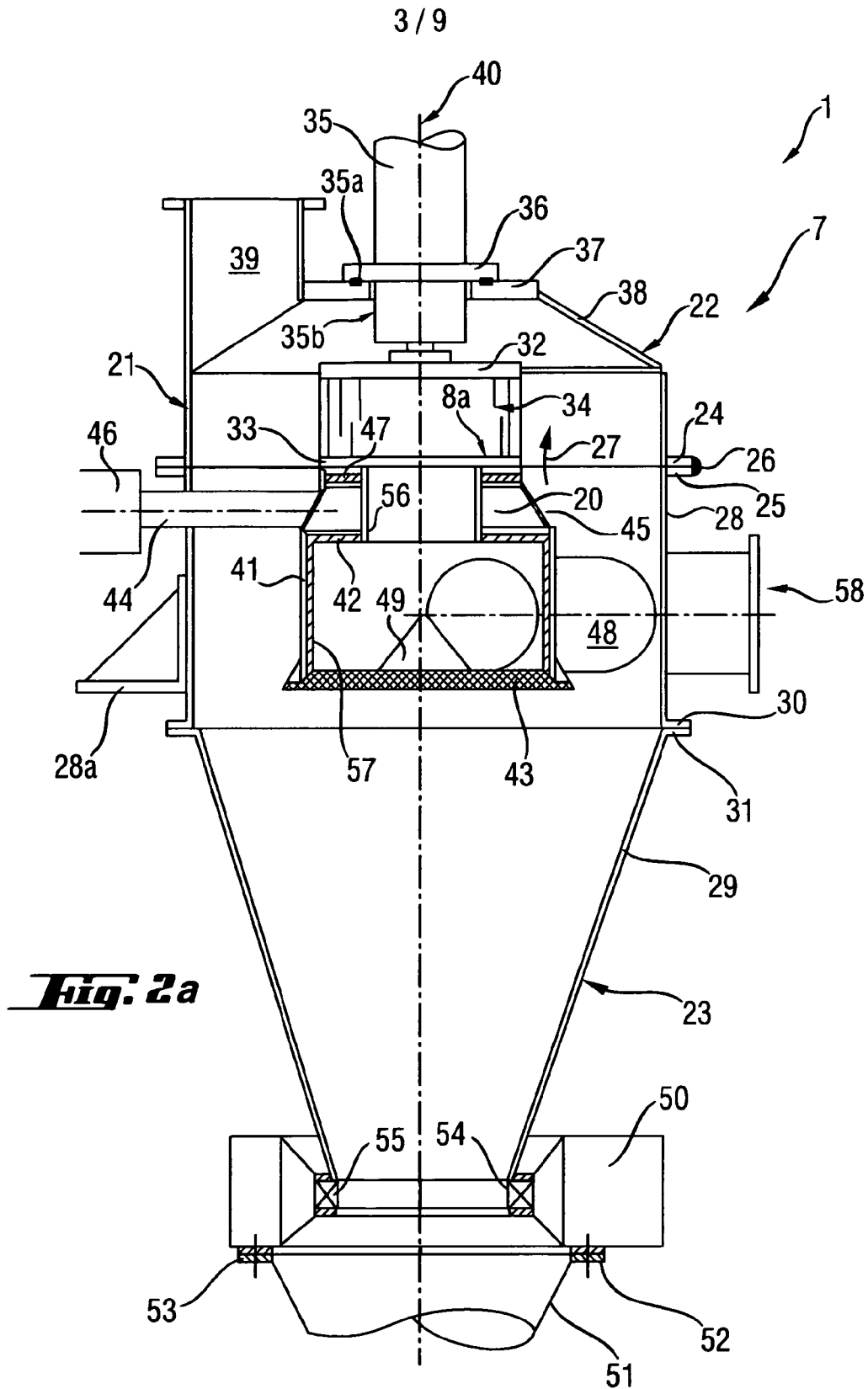


Fig. 1



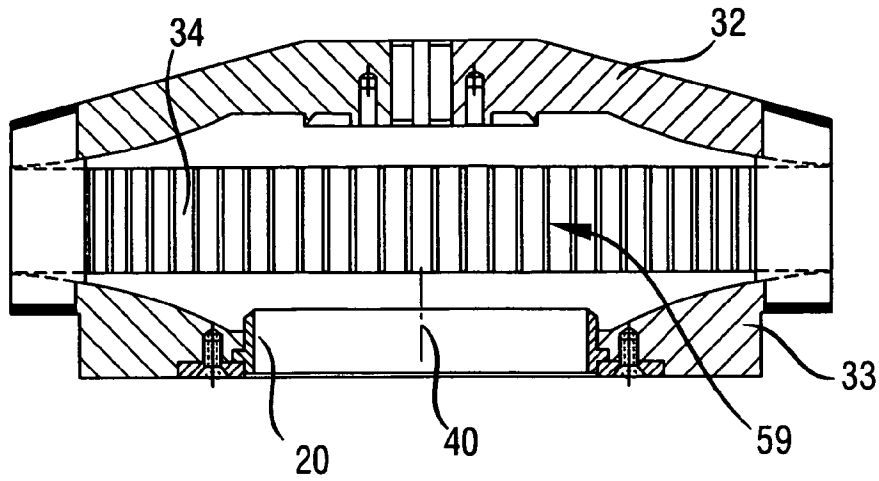


Fig. 3

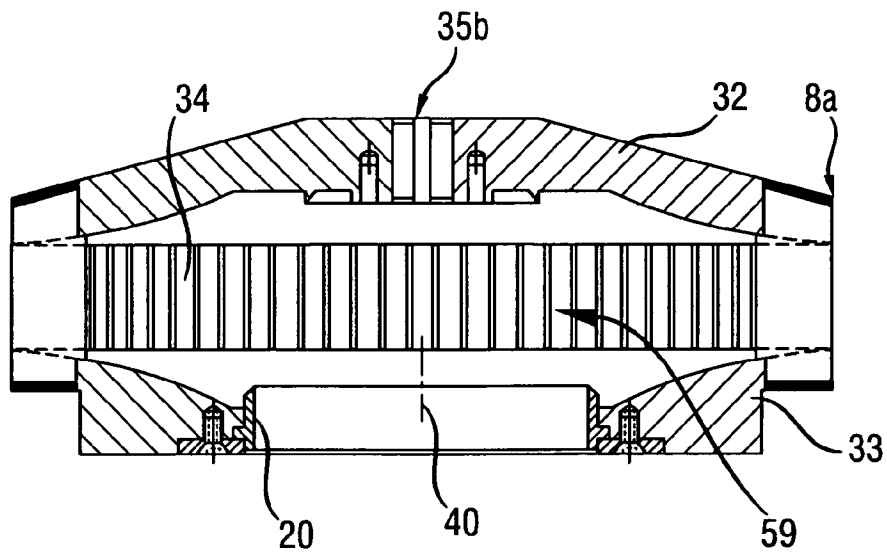
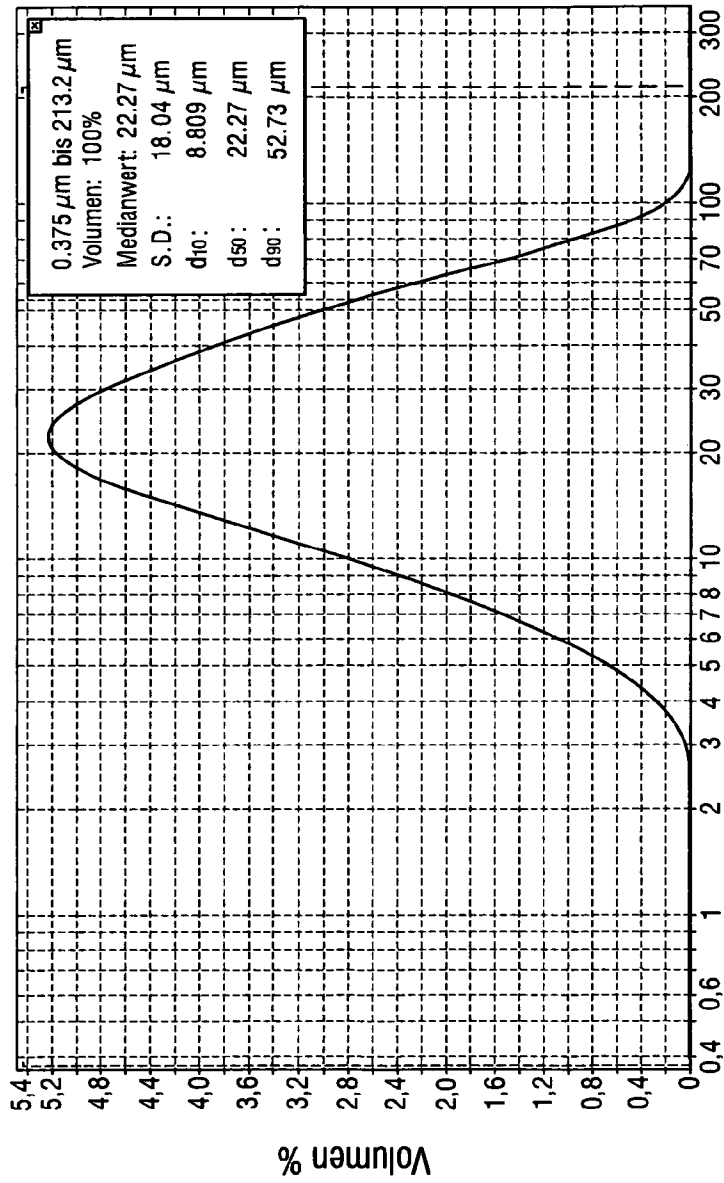


Fig. 3a

Fig. 4: Partikelverteilung von Silica 1 (unvermahlen)



Partikeldurchmesser (µm)
 UC = 0,375µm OC = 213.2µm {100%}

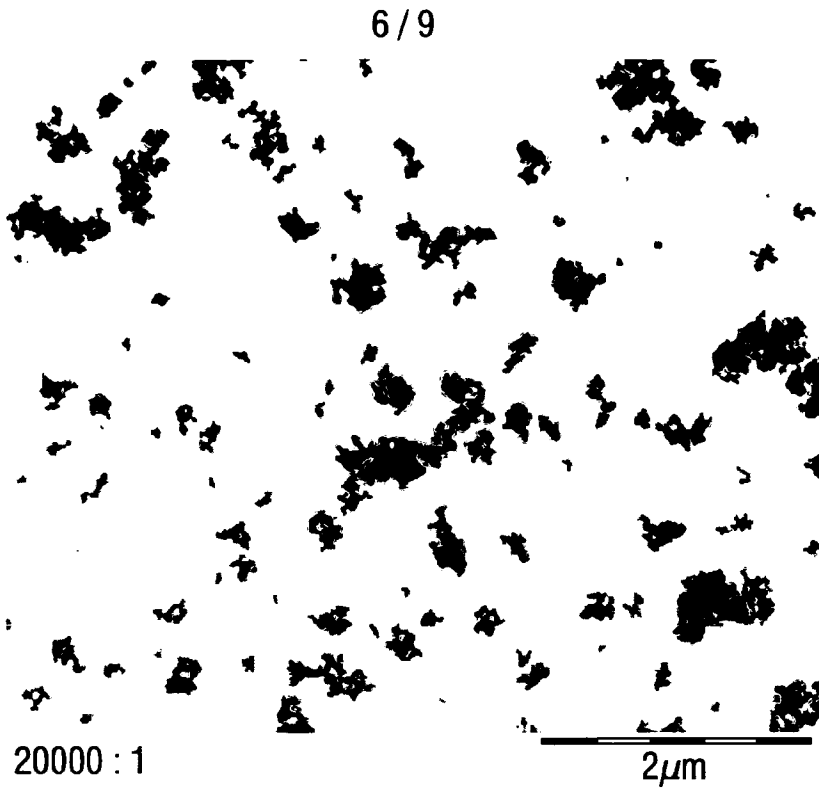


Fig. 5: TEM - Aufnahme von Beispiel 1

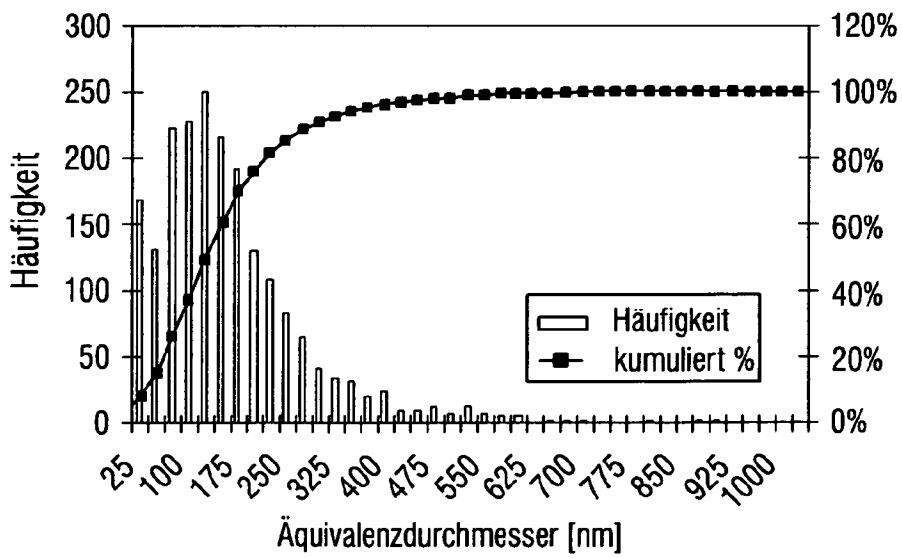


Fig. 6: Histogramm der Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 1

7 / 9

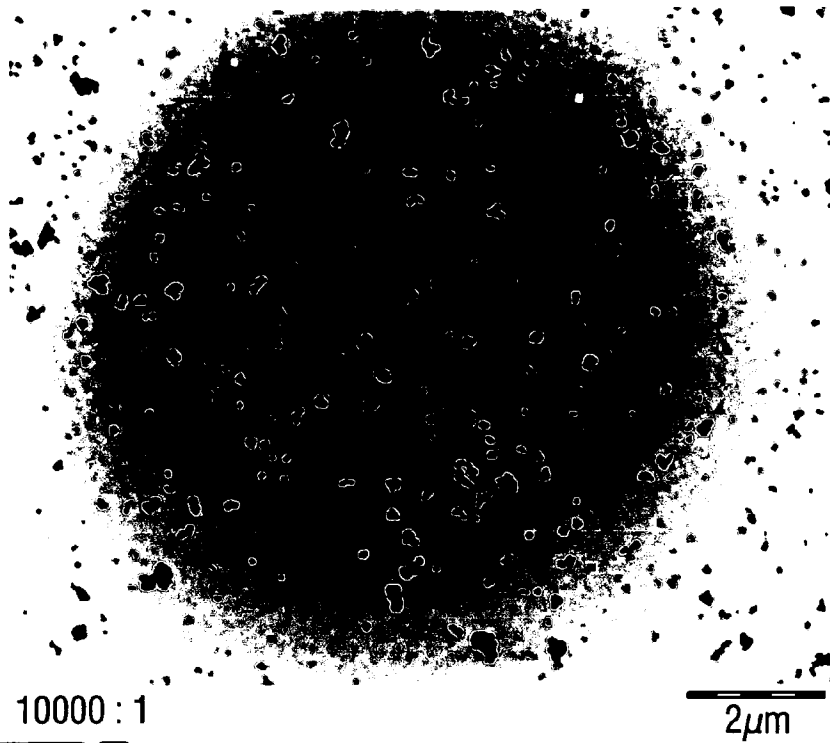


Fig. 1: TEM-Aufnahme von Beispiel 2

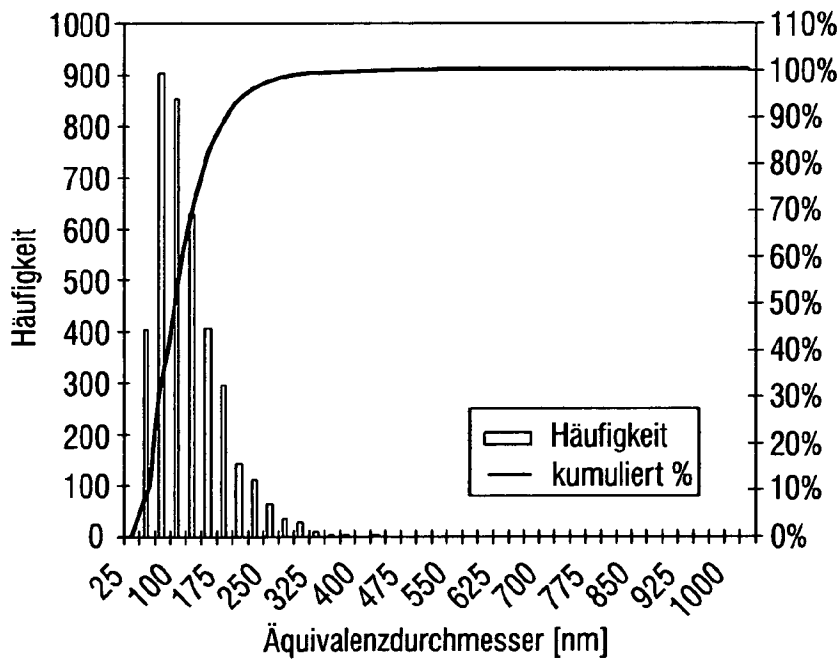


Fig. 2: Histogramm der Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 2

8 / 9

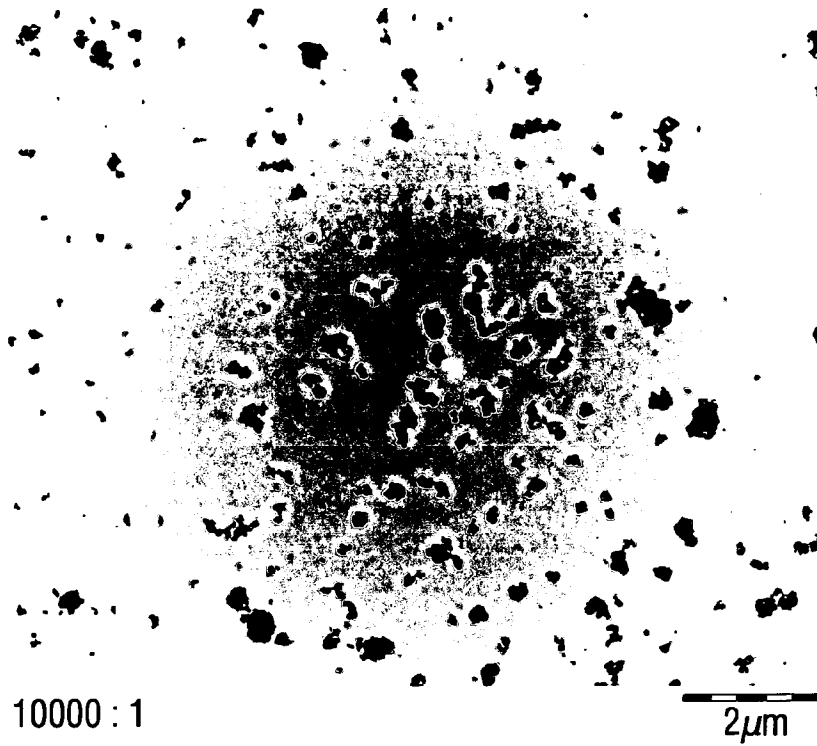


Fig. 9 : TEM-Aufnahme von Beispiel 3a

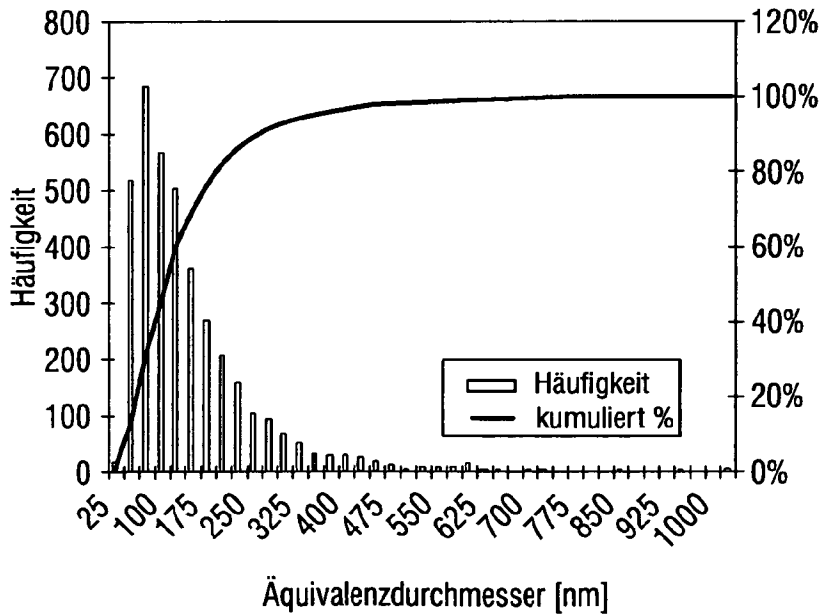


Fig. 10 : Histogramm der Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 3a

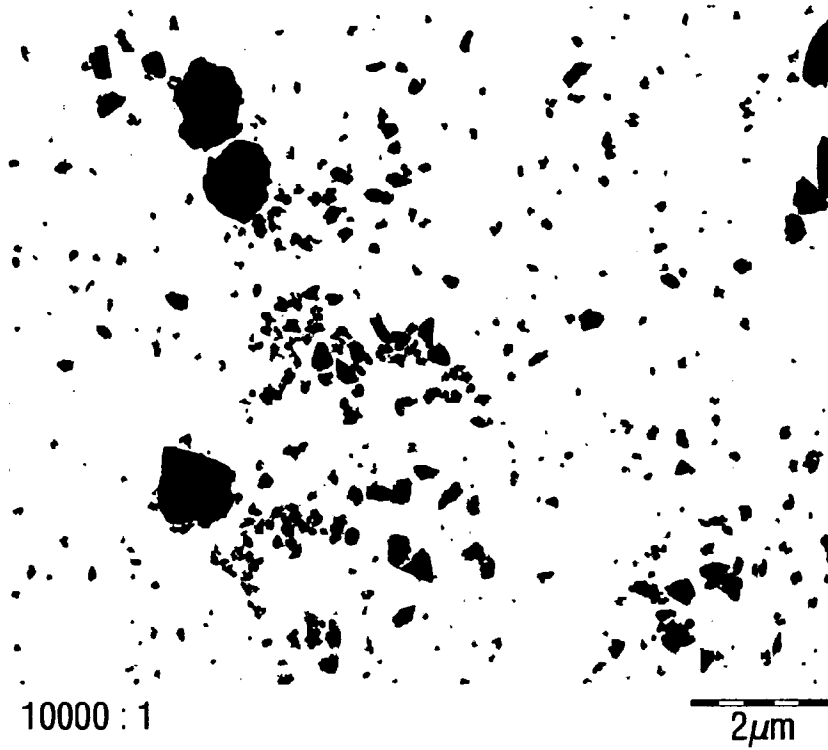


Fig. 11: TEM-Aufnahme von Beispiel 3b

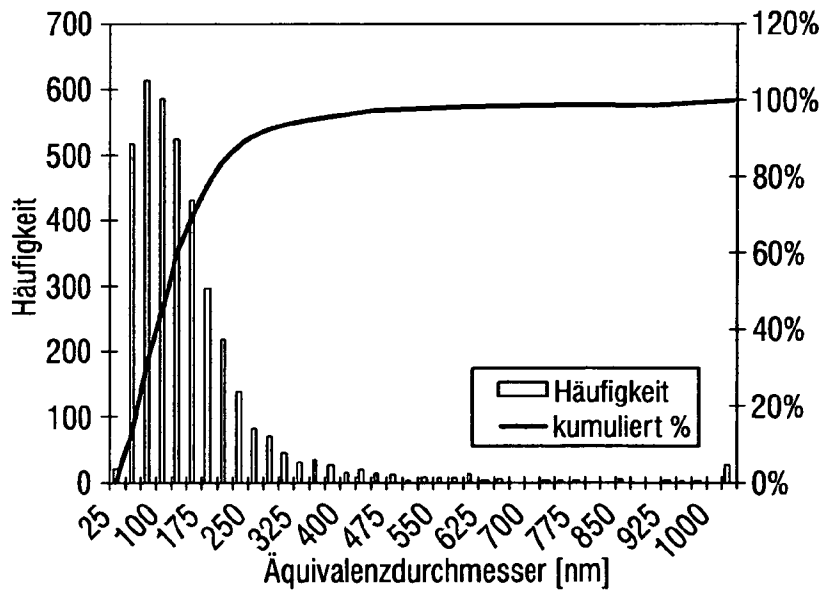


Fig. 12: Histogramm der Äquivalenzdurchmesser von Beispiel 3b