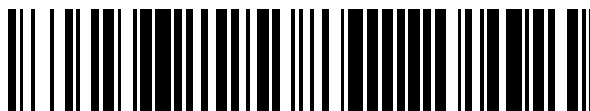


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 758 037**

51 Int. Cl.:

B02C 17/14	(2006.01)
B02C 17/20	(2006.01)
B27L 11/06	(2006.01)
C08B 1/00	(2006.01)
C08B 37/08	(2006.01)
C08L 1/02	(2006.01)
C08L 5/08	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.07.2012 PCT/JP2012/067854**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **31.01.2013 WO13015132**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.07.2012 E 12817322 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2019 EP 2737954**

54 Título: **Método para fabricar material pulverizado y pulverizador vibratorio**

30 Prioridad:

25.07.2011 JP 2011162498
08.12.2011 JP 2011269042

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.05.2020

73 Titular/es:

KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome Chuo-Ku
Tokyo 103-8210, JP

72 Inventor/es:

UEMATSU, TAKAFUMI;
WADA, TOMOYA;
OSAKI, KAZUTOMO y
NOJIRI, NAOKI

74 Agente/Representante:

MARTÍN BADAJOZ, Irene

ES 2 758 037 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para fabricar material pulverizado y pulverizador vibratorio

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para fabricar un material pulverizado y a un molino vibratorio.

Antecedentes de la invención

10 Generalmente se conoce bien que hacer que el diámetro de partícula de un material sea más pequeño aumentando así el área de superficie específica del mismo no sólo potencia la reactividad de este material sino que también cambia sus propiedades relacionadas con una característica de manipulación tales como densidad aparente. Entre los métodos para hacer que el diámetro de partícula de un material sea más pequeño, puede mencionarse un
15 procedimiento de pulverización como uno de los procedimientos unitarios más básicos del mismo, y este procedimiento se ha usado para la pulverización de minerales desde tiempos remotos, y para la pulverización de un material inorgánico tal como carbonato de calcio; y ahora se usa en una variedad muy amplia de campos.

20 Generalmente, un material que tiene una estructura cristalina tiene una reactividad escasa, de modo que su uso ha sido difícil. En un determinado procedimiento de pulverización, puede hacerse que un material sea amorfo de manera simultánea con la pulverización, mediante lo cual puede potenciarse drásticamente la reactividad del mismo. Como resultado, pueden unirse diversas clases de grupos funcionales mediante una reacción química al material amorfo obtenido de ese modo, de modo que el valor de este material puede potenciarse drásticamente.

25 En los últimos años, un material de biomasa está captando cada vez más atención a medida que aumenta la preocupación con el problema medioambiental; y una celulosa finamente pulverizada y una celulosa amorfa que se obtienen pulverizando una materia prima que contiene celulosa están usándose como materia prima para un derivado de celulosa tal como un éter de celulosa, y como materia prima industrial tal como un producto cosmético y un producto alimenticio, un material de biomasa. Para esto, se han propuesto diversas clases de pulverizadores que
30 van a usarse para la pulverización de las materias primas que contienen celulosa anteriormente mencionadas. Por ejemplo, en el documento de patente 1, se divulga que, tras aplastarse un material de madera, este material aplastado se pulveriza mediante un molino vibratorio dotado de un primer mástil de pulverización superior en el que están alojadas varillas como medio de pulverización y de un segundo mástil de pulverización inferior en el que están alojadas bolas como medio de pulverización de modo que el 90% o más en peso de los polvos del mismo pueden
35 pulverizarse hasta un diámetro de partícula de 100 μm o menos usando este método de pulverización. En los documentos de patente 2 y 3, se divulga un método para producir una celulosa que se vuelve amorfa mediante tratamiento de una materia prima que contiene celulosa que tiene una densidad aparente de 100 a 500 kg/m^3 mediante un pulverizador tal como un molino vibratorio lleno con bolas o varillas.

40 Además, en el documento de patente 4, se divulga un aparato para pulverizar una biomasa de madera en el que se inserta una pluralidad de discos de placa gruesa que tienen protuberancias como medio de pulverización en un recipiente cilíndrico, haciendo de este modo vibrar este recipiente cilíndrico hacia arriba y hacia abajo para la pulverización, como pulverizador para pulverizar las partículas de manera más fina; y en el documento de patente 5, de manera similar al anterior, se divulga un aparato para pulverizar una biomasa de madera en el que un cuerpo
45 rotatorio que tiene una pluralidad de protuberancias y un orificio en la dirección de eje en su parte central se inserta como medio de pulverización en un recipiente cilíndrico, haciendo rotar de este modo este recipiente cilíndrico para la pulverización, como pulverizador para pulverizar las partículas de manera más fina.

50 Documento de patente 1: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2004-188833

Documento de patente 2: patente japonesa n.º 4160108

Documento de patente 3: patente japonesa n.º 4160109

55 Documento de patente 4: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2008-93590

Documento de patente 5: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2009-233542

60 El documento GB 1 232 088 divulga un molino de dispersión vibratorio según el preámbulo de la reivindicación 14, que comprende una cámara de molino cilíndrica adaptada para un movimiento oscilatorio sustancialmente circular alrededor de un eje paralelo a su eje longitudinal, que contiene un elemento de trituración cilíndrico de extremos cerrados rodeado dentro de la cámara de molino por al menos un elemento de trituración cilíndrico de extremos abiertos.

65

Sumario de la invención

Problemas que van a resolverse por la invención

5 Sin embargo, mediante los métodos de pulverización que usan los pulverizadores descritos en los documentos de patente 1 a 4, ha sido difícil la pulverización fina de una materia prima que contiene celulosa o hacer que este material sea amorfo dentro del plazo de un periodo de tiempo corto, por ejemplo, dentro del plazo de 10 minutos. En el documento de patente 5, aunque se propone potenciar hasta un cierto grado la tasa de pulverización para la pulverización fina, la pulverización sólo se realiza en el recipiente cilíndrico y las partes de protuberancia del cuerpo rotatorio, de modo que puede preverse fácilmente que la eficiencia de pulverización con respecto al volumen del mismo se vuelve inferior a medida que aumenta el tamaño del aparato. Además, formar las partes de protuberancia en el cuerpo rotatorio resulta difícil y costoso; y encima de eso, hay un problema de disminución de la eficiencia de pulverización mediante abrasión de las partes de protuberancia.

15 Los problemas que van a resolverse por la presente invención son proporcionar un método para fabricar un material pulverizado usando un molino vibratorio capaz de hacer que el diámetro de partícula de un material que va a pulverizarse sea más pequeño dentro del plazo de un periodo de tiempo corto.

Medios para resolver los problemas

20 Los inventores de la presente invención encontraron que los problemas anteriormente mencionados pueden resolverse mediante un método según la reivindicación 1 y un molino según la reivindicación 14.

25 Es decir, la presente invención proporciona los siguientes puntos (1) y (2).

(1) Un método para fabricar un material pulverizado, en el que el método usa un molino vibratorio dotado de:

un recipiente que tiene en el mismo un espacio en columna estando un eje central del espacio en columna dispuesto para ser casi horizontal mientras que el recipiente se sujeta para poder vibrar en una dirección dentro de un plano que es casi perpendicular al eje central,

un medio cilíndrico dispuesto en el recipiente para poder vibrar, y

una pluralidad de medios de pulverización dispuestos dentro del medio cilíndrico para poder vibrar; en el molino vibratorio,

la razón de un diámetro interno del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización con respecto a un diámetro externo del medio de pulverización (diámetro interno del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización/diámetro externo del medio de pulverización) es de 2,1 o más, y

40 el valor integrado de volúmenes de los medios de pulverización es de más del 25% con respecto a un volumen de espacio dentro del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización; y

45 el método tiene un procedimiento de tratamiento de pulverización de una materia prima que va a pulverizarse haciendo vibrar el recipiente después de introducir la materia prima que va a pulverizarse en el recipiente del molino vibratorio.

(2) Un molino vibratorio, en el que el molino vibratorio está dotado de:

50 un recipiente que tiene en el mismo un espacio en columna estando un eje central del espacio en columna dispuesto para ser casi horizontal mientras que el recipiente se sujeta para poder vibrar en una dirección dentro de un plano que es casi perpendicular al eje central,

un medio cilíndrico dispuesto en el recipiente para poder vibrar, y

55 una pluralidad de medios de pulverización dispuestos dentro del medio cilíndrico para poder vibrar; y en el molino vibratorio,

60 la razón de un diámetro interno del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización con respecto a un diámetro externo del medio de pulverización (diámetro interno del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización/diámetro externo del medio de pulverización) es de 2,1 o más, y

el valor integrado de volúmenes de los medios de pulverización es de más del 25% con respecto a un volumen de espacio dentro del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización.

65

Efecto de la invención

5 Según el molino vibratorio y el método para fabricar un material pulverizado usando el pulverizador de la presente invención, puede hacerse que el diámetro de partícula de una materia prima que va a pulverizarse sea más pequeño dentro del plazo de un periodo de tiempo corto, y también puede reducirse la cristalinidad de una materia prima cristalina que va a pulverizarse dentro del plazo de un periodo de tiempo corto, de modo que puede potenciarse la productividad para fabricar un material pulverizado.

Breve descripción de los dibujos

10 Figura 1

15 Esto es una vista en perspectiva esquemática que muestra un ejemplo en el que el medio 3a de tipo varilla en columna se usa como medio de pulverización en el molino vibratorio según la primera realización de la presente invención.

Figura 2

20 Esto es una vista en perspectiva esquemática que muestra un ejemplo en el que el medio 3b esférico se usa como medio de pulverización en el molino vibratorio según la primera realización de la presente invención.

Figura 3

25 Esto es una vista en perspectiva esquemática que muestra un ejemplo en el que el medio 3a de tipo varilla en columna se usa como medio de pulverización en el molino vibratorio según la segunda realización de la presente invención.

Figura 4

30 Esto es una vista en sección transversal del molino vibratorio mostrado en la figura 3 cortada en la dirección del plano perpendicular al eje central del recipiente.

Figura 5

35 Esto es la figura que muestra el estado de configuración del medio 3c de tipo varilla en columna dividido en la dirección del eje del mismo en el molino vibratorio usado en el ejemplo comparativo 8.

Figura 6

40 Esto es la figura parcialmente aumentada de la parte del medio 2a cilíndrico dividido en la dirección del eje del mismo y el medio 3c de tipo varilla en columna dividido en la dirección del eje del mismo que se sacan del interior del recipiente 1 en el molino vibratorio usado en el ejemplo comparativo 8.

Modos para llevar a cabo la invención

45 El método para fabricar un material pulverizado de la presente invención se caracteriza porque el método usa un molino vibratorio dotado de:

50 un recipiente que tiene en el mismo un espacio en columna estando un eje central del espacio en columna dispuesto para ser casi horizontal mientras que el recipiente se sujeta para poder vibrar en una dirección dentro de un plano que es casi perpendicular al eje central de la columna (a continuación en el presente documento, este recipiente se denomina algunas veces "recipiente de pulverización"),

55 un medio cilíndrico dispuesto en el recipiente para poder vibrar, y

una pluralidad de medios de pulverización dispuestos dentro del medio cilíndrico para poder vibrar; en el molino vibratorio,

60 la razón de un diámetro interno del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización con respecto a un diámetro externo del medio de pulverización (diámetro interno del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización/diámetro externo del medio de pulverización) es de 2,1 o más, y

65 el valor integrado de volúmenes de los medios de pulverización es de más del 25% con respecto a un volumen de espacio dentro del medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización; y

el método tiene un procedimiento de tratamiento de pulverización de una materia prima que va a pulverizarse

haciendo vibrar el recipiente después de introducir la materia prima que va a pulverizarse en el recipiente del molino vibratorio.

1. Molino vibratorio

Las realizaciones primera y segunda del molino vibratorio de la presente invención se explicarán usando dibujos respectivos.

1-1. Primera realización

En la figura 1 y en la figura 2 se muestra un ejemplo de la primera realización del molino vibratorio de la presente invención. El molino vibratorio según la primera realización de la presente invención está dotado del recipiente 1 de pulverización que tiene en el mismo un espacio en columna estando un eje central del espacio en columna dispuesto para ser casi horizontal mientras que el recipiente se sujeta para poder vibrar en la dirección dentro de un plano que es casi perpendicular al eje central de la columna, el medio 2 cilíndrico dispuesto en el recipiente 1 de pulverización para poder vibrar, y una pluralidad de los medios 3a y/o 3b de pulverización dispuestos dentro del medio 2 cilíndrico. En la figura 1 y la figura 2, el medio 2 cilíndrico está dividido en la dirección del eje del mismo; y 2a es uno de los medios cilíndricos obtenidos dividiendo el medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo. En la figura 1 y la figura 2, con el fin de mostrar el medio 2 cilíndrico que está dispuesto dentro del recipiente 1 de pulverización así como los medios 3a y/o 3b de pulverización, una parte del recipiente 1 de pulverización y la parte de sujeción del recipiente de pulverización no se muestran en estos dibujos.

En cuanto al medio de pulverización usado en la presente invención, por ejemplo, puede mencionarse un medio de tipo varilla y un medio esférico. En la figura 1, se muestra el medio 3a de tipo varilla en columna como medio de pulverización; y en la figura 2, se muestra el medio 3b esférico. A continuación en el presente documento, este medio 3a de tipo varilla y/o medio 3b esférico se denominan algunas veces de manera colectiva "medio 3 de pulverización".

En el molino vibratorio según la primera realización de la presente invención, la razón del diámetro interno del medio 2 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización con respecto al diámetro externo del medio 3 de pulverización (diámetro interno del medio 2 cilíndrico/diámetro externo del medio 3 de pulverización) es de 2,1 o más, y el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización es de más del 25% con respecto a un volumen de espacio dentro del medio 2 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización.

1-1-1. Recipiente de pulverización

El recipiente 1 de pulverización tiene un espacio en columna en el mismo estando el eje central del espacio en columna en el estado estático en la dirección casi horizontal mientras que el recipiente se sujeta para poder vibrar en la dirección dentro de un plano que es casi perpendicular al eje central. En este caso, el término "eje central del espacio en columna" significa una línea recta virtual que pasa a través de los centros de dos planos inferiores circulares de la columna; y el término "en la dirección casi horizontal" significa que la dirección del ángulo con respecto al plano horizontal está en el intervalo de -10 a 10° (a continuación en el presente documento, el término "en la dirección casi horizontal" se denomina algunas veces simplemente "horizontal"). El material de construcción del recipiente 1 de pulverización no está particularmente limitado; y un ejemplo ilustrativo del mismo incluye metales y aleaciones de metales tales como un hierro, un acero de hierro y un acero inoxidable. Estos pueden tratarse mediante un tratamiento tal como enfriamiento brusco.

Con el fin de pulverizar de manera uniforme, el espacio dentro del recipiente 1 de pulverización está preferiblemente en forma de columna cuyo plano inferior está en una forma casi circular tal como un círculo auténtico y una elipse.

El tamaño del recipiente 1 de pulverización no está particularmente limitado. Por ejemplo, el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización es preferiblemente de 50 mm o más, más preferiblemente 80 mm o más, o todavía más preferiblemente 100 mm o más; y preferiblemente de 1500 mm o menos, más preferiblemente 1200 mm o menos, o todavía más preferiblemente 1000 mm o menos. Además, el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización está preferiblemente en el intervalo de 50 a 1500 mm, más preferiblemente en el intervalo de 80 a 1200 mm, o todavía más preferiblemente en el intervalo de 100 a 1000 mm. La longitud del espacio en columna en la dirección del eje central del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización (a continuación en el presente documento, este eje se denomina algunas veces "eje del recipiente de pulverización") es preferiblemente de 100 mm o más, más preferiblemente 120 mm o más, o todavía más preferiblemente 150 mm o más; y preferiblemente de 10000 mm o menos, más preferiblemente 8000 mm o menos, o todavía más preferiblemente 6000 mm o menos. Además, la longitud del espacio en columna en la dirección del eje del recipiente de pulverización dentro del recipiente 1 de pulverización está preferiblemente en el intervalo de 100 a 10000 mm, más preferiblemente en el intervalo de 120 a 8000 mm, o todavía más preferiblemente en el intervalo de 150 a 6000 mm. En la presente invención, el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización significa el doble de largo que la distancia más corta desde el eje del recipiente 1 de pulverización hasta la superficie interna del recipiente 1 de pulverización, en el que, en el caso en el que el plano inferior del espacio interno en columna es un círculo auténtico, esto es igual al diámetro del círculo

auténtico, mientras que en el caso de una elipse, esto es igual al diámetro menor de la elipse.

5 Durante la pulverización, el recipiente 1 de pulverización vibra en la dirección de dentro del plano que es casi perpendicular al eje del recipiente 1 de pulverización. En la presente invención, la vibración del recipiente 1 de pulverización incluye no sólo el movimiento con el que el eje del recipiente 1 de pulverización traza la pista de una línea recta sino también el movimiento con el que se traza la pista de una elipse o un círculo auténtico. La frecuencia de vibración y la amplitud de vibración del recipiente 1 de pulverización no están particularmente limitadas; sin embargo, cuando se aumentan la frecuencia de vibración y la amplitud de vibración, pueden aumentarse las tasas de aceleración aportadas al recipiente 1 de pulverización, al medio 2 cilíndrico dispuesto dentro del recipiente de 10 pulverización y al medio 3 de pulverización dispuesto dentro del medio 2 cilíndrico, de modo que puede potenciarse la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse.

15 Por consiguiente, la frecuencia de vibración del recipiente 1 de pulverización es preferiblemente de 8 Hz o más, más preferiblemente 10 Hz o más, o todavía más preferiblemente 12 Hz o más. Con el fin de potenciar la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, la amplitud de vibración del recipiente 1 de pulverización es preferiblemente de 5 mm o más, más preferiblemente 6 mm o más, o todavía más preferiblemente 7 mm o más.

20 Por otro lado, en vista de la carga en el aparato, la frecuencia de vibración del recipiente 1 de pulverización es preferiblemente de 40 Hz o menos, más preferiblemente 35 Hz o menos, o todavía más preferiblemente 30 Hz o menos. Además, la amplitud de vibración del recipiente 1 de pulverización es preferiblemente de 25 mm o menos, más preferiblemente 20 mm o menos, o todavía más preferiblemente 18 mm o menos.

25 En el caso en el que la pista de vibración del eje del recipiente 1 de pulverización no traza una línea recta, la vibración del recipiente 1 de pulverización muestra la amplitud de vibración s con una pluralidad de longitudes diferentes. En la presente invención, la amplitud de vibración de vibración del recipiente 1 de pulverización significa la amplitud de vibración más larga de entre las amplitudes de vibración de la vibración del recipiente 1 de pulverización; y, por tanto, en el caso en el que la pista trazada por la vibración del eje del recipiente 1 de pulverización es una elipse, la amplitud de vibración significa el eje mayor de la elipse.

30 El mecanismo de vibración del recipiente 1 de pulverización comprende un motor vibratorio, un peso excéntrico o un excitador de vibración excéntrico, y similares; y estos mecanismos son los mismos que los mecanismos conocidos hasta ahora. Estos mecanismos se han divulgado, por ejemplo, además de en la publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2004-188833 tal como se mencionó anteriormente, en la publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2008-93534, en la publicación de patente japonesa abierta a consulta 35 por el público n.º 2008-132469, y similares.

40 La materia prima que va a pulverizarse puede introducirse en el recipiente 1 de pulverización por adelantado, o puede introducirse de manera continua a través del orificio 4 de introducción mientras se lleva a cabo el tratamiento de pulverización. En vista de la producción continua industrial, es más preferible la introducción continua de la materia prima que va a pulverizarse en el recipiente 1 de pulverización mientras se lleva a cabo el tratamiento de pulverización. En este tratamiento, el procedimiento continuo se vuelve posible disponiendo el orificio 4 de introducción en la parte superior de un extremo del recipiente de pulverización y el orificio 5 de descarga en la parte inferior del extremo opuesto al orificio 4 de introducción. Antes del orificio 5 de descarga, puede disponerse una 45 hendidura que restringe la zona de abertura de la parte de abertura con el fin de retener la materia prima que va a pulverizarse dentro del recipiente 1 de pulverización para una pulverización suficiente. Mientras tanto, el orificio 4 de introducción y el orificio 5 de descarga no se muestran en la figura 1 y la figura 2.

50 Alrededor del recipiente 1 de pulverización, puede acoplarse una camisa de enfriamiento de modo que puede llevarse a cabo enfriamiento durante la pulverización. Además, en el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse se ve afectada por el entorno tal como oxidación, puede disponerse una boquilla para purgar con nitrógeno o similar en el recipiente 1 de pulverización en el lugar cerca del orificio 4 de introducción y/o el orificio 5 de descarga del recipiente de pulverización.

55 Además, con el fin de evitar el daño en el recipiente 1 de pulverización mediante colisión entre el recipiente 1 de pulverización y el medio 2 cilíndrico, puede insertarse una placa de acero de hierro con una forma cilíndrica o curvada en el recipiente 1 de pulverización como revestimiento. Aunque el revestimiento se dañe por la colisión entre el revestimiento y el medio 2 cilíndrico, el revestimiento puede cambiarse fácilmente, de modo que esto es preferible en vista del mantenimiento del equipo. El grosor del revestimiento no está particularmente limitado; pero en vista de la sostenibilidad del mismo, el grosor es preferiblemente de 1 mm o más, más preferiblemente 3 mm o 60 más, o todavía más preferiblemente 5 mm o más; y preferiblemente de 30 mm o menos, más preferiblemente 20 mm o menos, o todavía más preferiblemente 16 mm o menos. Por el mismo motivo, el grosor del revestimiento está preferiblemente en el intervalo de 1 a 30 mm, más preferiblemente en el intervalo de 3 a 20 mm, o todavía más preferiblemente en el intervalo de 5 a 16 mm.

65

1-1-2. Medio cilíndrico

Tal como se muestra en la figura 1 y la figura 2, el medio 2 cilíndrico está dispuesto dentro del recipiente 1 de pulverización para poder vibrar en el estado de ser casi paralelo entre el eje del recipiente 1 de pulverización y el eje central del medio 2 cilíndrico (a continuación en el presente documento, esto se denomina algunas veces “eje del medio cilíndrico”). En este caso, la “disposición para poder vibrar” significa que el medio 2 cilíndrico está dispuesto para poder vibrar dentro del recipiente 1 de pulverización en la dirección dentro de un plano que es casi perpendicular al eje del recipiente 1 de pulverización cuando se hace vibrar el recipiente 1 de pulverización.

En el molino vibratorio de la presente invención, el medio 2 cilíndrico se hace vibrar dentro del recipiente 1 de pulverización haciendo vibrar el recipiente 1 de pulverización; y mediante la vibración del medio 2 cilíndrico, se potencia la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse mediante una pluralidad de los medios 3 de pulverización que están dispuestos dentro del medio 2 cilíndrico para poder vibrar, de modo que no sólo puede hacerse que el diámetro de partícula de la materia prima que va a pulverizarse sea más pequeño dentro del plazo de un periodo de tiempo más corto, sino que además puede cambiarse un material cristalino tal como celulosa para que tenga una cristalinidad inferior.

Tal como se muestra la figura 1 y la figura 2, cuando se dispone una pluralidad de los medios 3 de pulverización dentro del medio 2 cilíndrico para existir dentro de un plano que es perpendicular al eje del medio 2 cilíndrico, la fuerza de colisión de los medios 3 de pulverización así como el número de colisiones entre los propios medios 3 de pulverización y entre el medio 2 cilíndrico y los medios 3 de pulverización pueden aumentarse de modo que puede potenciarse la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse. Con el fin de potenciar esta tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, la razón del diámetro interno del medio 2 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización con respecto al diámetro externo del medio 3 de pulverización que va a explicarse más adelante (diámetro interno del medio 2 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización/diámetro externo del medio 3 de pulverización) es de 2,1 o más, preferiblemente 2,2 o más, o más preferiblemente 2,5 o más. Además, la razón del diámetro interno del medio 2 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización con respecto al diámetro externo del medio 3 de pulverización es preferiblemente de 500 o menos, más preferiblemente 350 o menos, todavía más preferiblemente 100 o menos, de manera todavía adicionalmente más preferible 50 o menos, o lo más preferiblemente 25 o menos.

En la presente invención, el diámetro interno del medio cilíndrico significa el doble de largo que la distancia más corta desde el eje del medio cilíndrico hasta el plano interno del medio cilíndrico.

Aunque el medio 3 de pulverización se explicará más adelante, el diámetro externo del medio 3 de pulverización significa, si este medio es el medio 3a de tipo varilla en forma de una columna circular o una columna prismática de polígono cuadrangular o superior, la longitud de la línea recta más larga de entre las líneas rectas que pasan a través del centro del círculo o de la forma poligonal cuadrangular o superior en la vista en sección transversal que es perpendicular a la dirección longitudinal del medio de tipo varilla, teniendo las líneas rectas ambos de sus extremos en las periferias de la vista en sección transversal, es decir, la longitud de la línea más larga significa el diámetro de un círculo auténtico si la vista en sección transversal es un círculo auténtico, y el diámetro de una bola en el caso del medio 3b esférico.

El material de construcción del medio 2 cilíndrico no está particularmente limitado. Un ejemplo ilustrativo del mismo incluye un metal o una aleación de metal tal como un hierro, un aluminio, un acero de hierro y un acero inoxidable; y un material cerámico tales como un circonio. El acero inoxidable y el acero de hierro pueden tratarse mediante un tratamiento tal como enfriamiento brusco.

Con el fin de transmitir de manera eficiente la energía cinética provocada por la vibración del recipiente 1 de pulverización al medio 2 cilíndrico cuando se hace vibrar el medio 2 cilíndrico dentro del recipiente 1 de pulverización aumentando así la movilidad del medio 2 cilíndrico, para aumentar adicionalmente la fuerza de colisión de los medios 3 de pulverización que están presentes dentro del medio 2 cilíndrico, y para aumentar el número de colisiones entre los propios medios 3 de pulverización y entre el medio 2 cilíndrico y los medios 3 de pulverización, potenciando así la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, el medio 2 cilíndrico es preferiblemente un mástil que tiene la forma de un círculo auténtico, casi un círculo tal como una elipse, o un polígono hexagonal o superior en la vista en sección transversal del espacio interno del medio 2 cilíndrico, mientras que un mástil que tiene la forma de un círculo auténtico es más preferible. La superficie exterior y la superficie interior del medio 2 cilíndrico pueden tener protuberancias; pero en vista de evitar la reducción de la eficiencia de pulverización debida a la abrasión del medio 2 cilíndrico, es preferible que no haya protuberancias.

La diferencia entre el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización y el diámetro externo del medio 2 cilíndrico en contacto con el interior del recipiente 1 de pulverización (diámetro interno del recipiente 1 de pulverización - diámetro externo del medio 2 cilíndrico) es preferiblemente de 3 mm o más, más preferiblemente 5 mm o más, todavía más preferiblemente 8 mm o más, o de manera todavía adicionalmente más preferible 10 mm o más; y preferiblemente de 60 mm o menos, más preferiblemente 55 mm o menos, todavía más preferiblemente 50 mm o menos, o de manera todavía adicionalmente más preferible 45 mm o menos. Además, la diferencia entre el diámetro

interno del recipiente 1 de pulverización y el diámetro externo del medio 2 cilíndrico en contacto con el interior del recipiente 1 de pulverización está preferiblemente en el intervalo de 3 a 60 mm, más preferiblemente en el intervalo de 5 a 55 mm, todavía más preferiblemente en el intervalo de 8 a 50 mm, o de manera todavía adicionalmente más preferible en el intervalo de 10 a 45 mm. Si la diferencia entre el diámetro externo del medio 2 cilíndrico y el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización está dentro del intervalo anteriormente mencionado, puede potenciarse la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse mediante el medio 3 de pulverización. En el caso en el que se inserta un revestimiento en el recipiente 1 de pulverización, el valor obtenido restando además la longitud del doble del grosor del revestimiento a partir de la diferencia entre el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización y el diámetro externo del medio 2 cilíndrico en contacto con el interior del recipiente 1 de pulverización está preferiblemente dentro del intervalo anteriormente mencionado.

En la presente invención, el diámetro externo del medio cilíndrico significa el doble de largo que la distancia más larga desde el eje del medio cilíndrico hasta la superficie externa del medio cilíndrico, es decir, por ejemplo, en el caso en el que la forma de la periferia de la vista en sección transversal que es perpendicular al eje del medio cilíndrico es un círculo auténtico, esto significa el diámetro de este círculo auténtico; en el caso de una elipse, esto significa el diámetro mayor de la elipse; y en el caso de un polígono, esto significa el doble de largo que la distancia más larga de entre las distancias desde el centro del polígono hasta las puntas del mismo.

En vista de la resistencia del medio 2 cilíndrico, la razón del grosor del medio 2 cilíndrico con respecto al diámetro externo del medio 2 cilíndrico (grosor del medio 2 cilíndrico/diámetro externo del medio 2 cilíndrico) es preferiblemente de 0,02 o más, más preferiblemente 0,03 o más, todavía más preferiblemente 0,05 o más, o de manera todavía adicionalmente más preferible 0,1 o más.

Con el fin de aumentar la cantidad de llenado de los medios 3 de pulverización en el medio 2 cilíndrico aumentando así el número de colisiones entre los propios medios 3 de pulverización y entre el medio 2 cilíndrico y los medios 3 de pulverización, potenciando así la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, la razón del grosor del medio 2 cilíndrico con respecto al diámetro externo del medio 2 cilíndrico es preferiblemente de 0,7 o menos, más preferiblemente 0,6 o menos, o todavía más preferiblemente 0,5 o menos.

En este caso, "grosor del medio cilíndrico" significa el grosor del elemento para formar el medio cilíndrico, y no significa la longitud en la dirección del eje del medio cilíndrico. Si el grosor del medio 2 cilíndrico es diferente dependiendo de las partes del mismo, el grosor del medio cilíndrico significa el grosor de la parte más gruesa del mismo.

La longitud del medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo no está particularmente limitada con la condición de que sea más corta que la longitud del recipiente 1 de pulverización en la dirección del eje del mismo. Sin embargo, con el fin de potenciar la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse aumentando el área de contacto entre el medio 2 cilíndrico y el medio 3 de pulverización, la razón de la longitud del medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo con respecto a la longitud del espacio en columna en la dirección del eje del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización (longitud del medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo/longitud del espacio en columna en la dirección del eje del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización) es preferiblemente de 0,80 o más, más preferiblemente 0,85 o más, o todavía más preferiblemente 0,90 o más; y preferiblemente de 0,995 o menos, más preferiblemente 0,99 o menos, todavía más preferiblemente 0,985 o menos, o de manera todavía adicionalmente más preferible 0,98 o menos. Además, la razón de la longitud del medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo con respecto a la longitud del espacio en columna en la dirección del eje del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización está preferiblemente en el intervalo de 0,80 a 0,995, más preferiblemente en el intervalo de 0,85 a 0,99, todavía más preferiblemente en el intervalo de 0,90 a 0,985, o de manera todavía adicionalmente más preferible en el intervalo de 0,90 a 0,98.

Si el medio 3 de pulverización sale desde el interior del medio 2 cilíndrico hasta el exterior del mismo cuando se hace vibrar el recipiente 1 de pulverización, esto altera la vibración del medio 2 cilíndrico en el recipiente 1 de pulverización. Por consiguiente, la diferencia entre la longitud del espacio en columna en la dirección del eje del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización y la longitud del medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo es preferiblemente más corta que la longitud del medio 3a de tipo varilla en la dirección del eje del mismo en la figura 1 o que el diámetro del medio 3b esférico en la figura 2.

El medio 2 cilíndrico puede dividirse en una pluralidad de los mismos en la dirección del eje del medio 2 cilíndrico. En la figura 1 y la figura 2, 2a muestra uno de los medios cilíndricos obtenidos dividiendo el medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo. Con el fin de facilitar la difusión en el interior del medio 2 cilíndrico de la materia prima que va a pulverizarse que se introduce en el recipiente 1 de pulverización, potenciando así la fluidez del material pulverizado de modo que la materia prima que va a pulverizarse puede pulverizarse de manera eficiente en el medio 2 cilíndrico, el medio 2 cilíndrico se divide preferiblemente en una pluralidad de los mismos en la dirección del eje del medio 2 cilíndrico, tal como se muestra en la figura 1 y la figura 2. Haciendo esto, la materia prima que va a pulverizarse presente en el exterior del medio 2 cilíndrico puede moverse desde el exterior el medio 2a cilíndrico hasta el interior del mismo a través del espacio entre los medios 2a cilíndricos dividiendo así la difusión de la misma al interior del medio 2a cilíndrico; y, como resultado, puede potenciarse adicionalmente la tasa de

pulverización.

5 La distancia de división del medio 2 cilíndrico (concretamente, longitud del medio 2a cilíndrico en la dirección del eje del mismo) no está particularmente limitada; pero en vista de la eficiencia de pulverización, la distancia es preferiblemente de 100 mm o menos, más preferiblemente 60 mm o menos, o todavía más preferiblemente 30 mm o menos. Con el fin de garantizar la resistencia del medio 2a cilíndrico dividido, la distancia es preferiblemente de 3 mm o más, más preferiblemente 5 mm o más, o todavía más preferiblemente 10 mm o más.

10 Con el fin de mover y difundir la materia prima que va a pulverizarse que está presente en el exterior el medio 2 cilíndrico al interior del medio 2 cilíndrico, pulverizando así de manera eficiente la materia prima que va a pulverizarse, puede formarse en el medio 2 cilíndrico un agujero que penetra entre la superficie externa y la superficie interna del medio 2 cilíndrico. La forma del agujero no está particularmente limitada, aunque, por ejemplo, puede mencionarse un agujero circular o un agujero poliédrico triangular o superior. Alternativamente, puede formarse una ranura en la parte periférica del medio 2 cilíndrico en la dirección perpendicular al eje central para conectarse entre la superficie externa y la superficie interna del cilindro. En el caso en el que el medio 2 cilíndrico está dividido en una pluralidad de los mismos en la dirección del eje del mismo, una ranura similar a la parte periférica del medio 2 cilíndrico puede formarse en la parte periférica de la vista en sección transversal, es decir, el medio 2a cilíndrico.

20 1-1-3. Medio de pulverización

25 Tal como se muestra en la figura 1 y la figura 2, el molino vibratorio de la presente invención está dotado de una pluralidad de los medios 3 de pulverización, en el que los medios 3 de pulverización están dispuestos dentro del medio 2 cilíndrico para poder vibrar. La forma del medio 3 de pulverización puede ser el medio 3a de tipo varilla tal como se muestra en la figura 1 o el medio 3b esférico tal como se muestra en la figura 2. Alternativamente, puede usarse una combinación de estos medios.

30 El material de construcción del medio 3 de pulverización no está particularmente limitado. Un ejemplo ilustrativo del mismo incluye un metal o una aleación de metal tal como un hierro, un aluminio, un acero de hierro y un acero inoxidable; y un material cerámico tal como un circonio. El acero de hierro puede tratarse mediante un tratamiento tal como enfriamiento brusco.

35 Una pluralidad de los medios 3 de pulverización están dispuestos dentro del medio 2 cilíndrico de tal manera que el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización es de más del 25% con respecto al volumen de espacio dentro del medio 2 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización. Si el medio 3 de pulverización es sólo uno, o si el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización es del 25% o menos con respecto al volumen de espacio dentro del medio 2 cilíndrico, la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse se vuelve más lenta.

40 En este caso, el volumen de espacio dentro del medio 2 cilíndrico significa el volumen de espacio en columna en el espacio interno del medio 2 cilíndrico, obteniéndose el volumen multiplicando el área de la vista en sección transversal perpendicular al eje del medio 2 cilíndrico por la longitud del medio 2 cilíndrico en la dirección del eje del mismo. Además, en la presente invención, el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización significa la suma total de los volúmenes de una pluralidad de los medios 3 de pulverización presentes en el recipiente.

50 Con el fin de suprimir la abrasión debida a la colisión con el medio 2 cilíndrico, la forma del medio 3a de tipo varilla es preferiblemente una columna circular o una columna prismática de polígono cuadrangular o superior, mientras que una columna circular es más preferible, o una forma de columna que tiene una vista en sección transversal de círculo auténtico es todavía más preferible.

55 Con el fin de aumentar la fuerza de colisión para potenciar la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, el diámetro externo del medio 3a de tipo varilla es preferiblemente de 3 mm o más, más preferiblemente 5 mm o más, o todavía más preferiblemente 7 mm o más. Con el fin de aumentar el número del medio 3a de tipo varilla aumentando así la fuerza de colisión así como el número de colisiones entre los propios medios 3a de pulverización y entre el medio 2 cilíndrico y los medios 3a de pulverización potenciando así la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, el diámetro externo es preferiblemente de 60 mm o menos, más preferiblemente 50 mm o menos, o todavía más preferiblemente 45 mm o menos.

60 En este caso, el diámetro externo del medio de tipo varilla significa la longitud de la línea recta que pasa a través del centro de la vista en sección transversal que es perpendicular a la dirección longitudinal de la varilla y que tiene ambos de sus extremos en las periferias de la vista en sección transversal; y, por tanto, si la vista en sección transversal es un círculo auténtico, es el diámetro de este círculo auténtico.

65 La longitud del medio 3a de tipo varilla no está particularmente limitada con la condición de que sea más corta que la longitud del espacio en columna en la dirección del eje central del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización;

pero, con el fin de potenciar la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse aumentando el área de contacto entre el medio 2 cilíndrico y el medio 3 de pulverización, la razón de la longitud del medio 3a de tipo varilla con respecto a la longitud del espacio en columna en la dirección del eje del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización (longitud del medio de tipo varilla/longitud del espacio en columna en la dirección del eje del mismo dentro del recipiente 1 de pulverización) es preferiblemente de 0,80 o más, más preferiblemente 0,85 o más, o todavía más preferiblemente 0,90 o más; y preferiblemente de 0,995 o menos, más preferiblemente 0,99 o menos, todavía más preferiblemente 0,985 o menos, o de manera todavía adicionalmente más preferible 0,98 o menos. Además, la longitud del medio 3a de tipo varilla está preferiblemente en el intervalo de 0,80 a 0,995, más preferiblemente en el intervalo de 0,85 a 0,99, todavía más preferiblemente en el intervalo de 0,90 a 0,985, o de manera todavía adicionalmente más preferible en el intervalo de 0,90 a 0,98.

Con el fin de hacer que el mantenimiento del aparato sea fácil, el medio 3a de tipo varilla puede dividirse en una pluralidad de los mismos en la dirección longitudinal.

Con el fin de aumentar la fuerza de colisión para potenciar la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, el diámetro externo del medio 3b esférico es preferiblemente de 3 mm o más, más preferiblemente 5 mm o más, o todavía más preferiblemente 7 mm o más. Con el fin de aumentar la fuerza de colisión del medio 3b esférico así como el número de colisiones entre los propios medios 3b de pulverización y entre el medio 2 cilíndrico y los medios 3b de pulverización potenciando así la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, el diámetro externo anteriormente mencionado es preferiblemente de 60 mm o menos, más preferiblemente 50 mm o menos, o todavía más preferiblemente 45 mm o menos.

Con el fin de aumentar el número de colisiones con el medio 2 cilíndrico potenciando así la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse, el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización con respecto al volumen de espacio dentro del medio 2 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización es de más del 25%, preferiblemente el 30% o más, o más preferiblemente el 40% o más. Además, con el fin de aumentar el espacio para llenar la materia prima que va a pulverizarse potenciando así la productividad, el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización con respecto al volumen de espacio dentro del medio 2 cilíndrico en contacto con los medios 3 de pulverización es preferiblemente del 91% o menos, más preferiblemente el 90% o menos, o todavía más preferiblemente el 89% o menos.

1-2. Segunda realización

La segunda realización del molino vibratorio según la presente invención se explicará usando la figura 3 y la figura 4.

La figura 3 muestra una vista en perspectiva esquemática de un ejemplo de la segunda realización del molino vibratorio según la presente invención, y la figura 4 muestra una vista en sección transversal del molino vibratorio mostrado en la figura 3 cortada en la dirección perpendicular al eje del recipiente 1 de pulverización. En la figura 3, con el fin de mostrar los medios 21 y 22 cilíndricos así como el medio 3 de pulverización, que están dispuestos dentro del recipiente 1 de pulverización, una parte del recipiente 1 de pulverización y la parte de sujeción del recipiente 1 de pulverización no se muestran en esta figura.

Tal como se muestra en la figura 3 y la figura 4, la segunda realización del molino vibratorio según la presente invención tiene, como medios cilíndricos, una pluralidad de los medios cilíndricos que tienen diámetros externos y diámetros internos diferentes, y es diferente de la primera realización en cuanto a que la pluralidad de los medios cilíndricos están dispuestos en la estructura incrustado en el estado casi paralelo entre el eje del recipiente 1 de pulverización y el eje de los medios cilíndricos.

En la figura 3 y la figura 4, se muestra como un ejemplo de la segunda realización el molino vibratorio dotado de dos clases de los medios 21 y 22 cilíndricos que tienen diámetros externos y diámetros internos diferentes. Los medios 21 y 22 cilíndricos se disponen en el estado incrustado insertando el medio 22 cilíndrico cuyo diámetro externo es menor que el diámetro interno del medio 21 cilíndrico en el medio 21 cilíndrico. De manera similar, en la segunda realización, pueden usarse tres o más clases de los medios cilíndricos que tienen diámetros externos y diámetros internos diferentes; y, también en esta clase, todos los medios cilíndricos están dispuestos en el recipiente 1 de pulverización en el estado incrustado.

Mientras tanto, todos los medios cilíndricos están dispuestos dentro del recipiente 1 de pulverización para poder vibrar.

En todos los medios cilíndricos en la segunda realización del molino vibratorio según la presente invención, el material de construcción, la forma, el grosor y el intervalo preferible de la longitud en la dirección del eje de los medios cilíndricos son los mismos que los de la primera realización. También en la segunda realización, de manera similar a la primera realización, los medios cilíndricos están preferiblemente divididos en la dirección del eje del mismo. En la figura 3 y la figura 4, 2b muestra un medio cilíndrico de entre los medios cilíndricos obtenidos dividiendo el medio 21 cilíndrico en la dirección del eje del mismo, y 2c (no mostrado en la figura) muestra un medio cilíndrico de entre los medios cilíndricos obtenidos dividiendo el medio 22 cilíndrico en la dirección del eje del mismo.

En la segunda realización del molino vibratorio según la presente invención, “medio cilíndrico en contacto con el medio de pulverización” significa el medio cilíndrico dispuesto en el lado más interno, concretamente, el medio 22 cilíndrico en la figura 3 y la figura 4. Con el fin de disponer una pluralidad de los medios 3 de pulverización para estar dentro de un plano perpendicular al eje del medio cilíndrico en el medio 22 cilíndrico aumentando así la fuerza de colisión de los medios 3 de pulverización así como el número de colisiones entre los propios medios 3 de pulverización y entre el medio 22 cilíndrico y los medios 3 de pulverización, la razón del diámetro interno del medio 22 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización con respecto al diámetro externo del medio 3 de pulverización (diámetro interno del medio 22 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización/el diámetro externo del medio 3 de pulverización) es de 2,1 o más, preferiblemente 2,2 o más, o más preferiblemente 2,5 o más. Además, la razón del diámetro interno del medio 22 cilíndrico con respecto al diámetro externo del medio 3 de pulverización es preferiblemente de 500 o menos, más preferiblemente 350 o menos, todavía más preferiblemente 100 o menos, de manera todavía adicionalmente más preferible 50 o menos, o de manera particularmente preferible 25 o menos.

La diferencia entre el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización y el diámetro externo del medio cilíndrico en contacto con el interior del recipiente 1 de pulverización, concretamente el diámetro externo del medio 21 cilíndrico mostrado en la figura 3 y la figura 4 (diámetro interno del recipiente 1 de pulverización - diámetro externo del medio 21 cilíndrico) es preferiblemente de 3 mm o más, más preferiblemente 5 mm o más, todavía más preferiblemente 8 mm o más, o de manera todavía adicionalmente más preferible 10 mm o más; y preferiblemente de 60 mm o menos, más preferiblemente 55 mm o menos, todavía más preferiblemente 50 mm o menos, o de manera todavía adicionalmente más preferible 45 mm o menos. Además, la diferencia entre el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización y el diámetro externo del medio cilíndrico en contacto con el interior del recipiente 1 de pulverización está preferiblemente en el intervalo de 3 a 60 mm, más preferiblemente en el intervalo de 5 a 55 mm, todavía más preferiblemente en el intervalo de 8 a 50 mm o más, o de manera todavía adicionalmente más preferible en el intervalo de 10 a 45 mm. Si la diferencia entre el diámetro interno del recipiente 1 de pulverización y el diámetro externo del medio 21 cilíndrico está dentro de los intervalos mostrados anteriormente, puede potenciarse la tasa de pulverización de la materia prima que va a pulverizarse mediante el medio 3 de pulverización.

Por el mismo motivo que el mencionado anteriormente, entre los medios cilíndricos dispuestos en el estado incrustado, la diferencia entre el diámetro interno del medio cilíndrico dispuesto en el exterior y el diámetro externo del medio cilíndrico en contacto con el interior del medio cilíndrico anterior (en la figura 3 y la figura 4, diámetro interno del medio 21 cilíndrico - diámetro externo del medio 22 cilíndrico) es preferiblemente de 3 mm o más, más preferiblemente 5 mm o más, todavía más preferiblemente 8 mm o más, o de manera todavía adicionalmente más preferible 10 mm o más; y preferiblemente de 60 mm o menos, más preferiblemente 55 mm o menos, todavía más preferiblemente 50 mm o menos, o de manera todavía adicionalmente más preferible 45 mm o menos. Además, la diferencia entre el diámetro interno del medio cilíndrico dispuesto en el exterior y el diámetro externo del medio cilíndrico dispuesto en contacto con el interior del medio cilíndrico anterior está preferiblemente en el intervalo de 3 a 60 mm, más preferiblemente en el intervalo de 5 a 55 mm, todavía más preferiblemente en el intervalo de 8 a 50 mm o más, o de manera todavía adicionalmente más preferible en el intervalo de 10 a 45 mm.

En este caso, el medio 3 de pulverización está dispuesto dentro del medio cilíndrico en el lado más interno de los medios cilíndricos que están dispuestos en el estado incrustado, concretamente dentro del medio 22 cilíndrico en la figura 3 y la figura 4, para poder vibrar. El material de construcción, el número y la forma preferible del medio de pulverización usado en la segunda realización son los mismos que los de la primera realización.

Además, en la segunda realización del molino vibratorio según la presente invención, el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico dispuesto en el lado más interno de los medios cilíndricos que están dispuestos en el estado incrustado (medio 22 cilíndrico en la figura 3 y la figura 4) es de más del 25%, preferiblemente el 30% o más, o más preferiblemente el 40% o más. Con el fin de aumentar el espacio para llenar la materia prima que va a pulverizarse, el valor integrado de volúmenes de los medios 3 de pulverización con respecto al volumen de espacio dentro del medio 22 cilíndrico en contacto con el medio 3 de pulverización es preferiblemente del 91% o menos, más preferiblemente el 90% o menos, o todavía más preferiblemente el 89% o menos.

2. Método para fabricar material pulverizado

El método para fabricar un material pulverizado de la presente invención está caracterizado porque el método tiene un procedimiento de tratamiento de pulverización usando el molino vibratorio de la presente invención para pulverizar una materia prima que va a pulverizarse haciendo vibrar el recipiente 1 de pulverización después de introducir la materia prima que va a pulverizarse en el recipiente 1 de pulverización del molino vibratorio.

2-1. Materia prima que va a pulverizarse

La clase de la materia prima que va a pulverizarse que se pulveriza mediante el método para fabricar un material pulverizado de la presente invención no está particularmente limitada; y a modo ilustrativo de la misma se incluye un

metal, un óxido de metal, un material inorgánico y un material orgánico. Entre los mismos, materias primas de biomasa, tales como hojas y tallos de una planta, un material de madera, un alga marina, una basura de cocina, una pasta, un papel, un animal muerto, unos excrementos de animal, una cáscara vegetal, un crustáceo y plancton, puede pulverizarse de manera especialmente eficiente. Un ejemplo ilustrativo del componente de estas materias primas de biomasa incluye polisacáridos tales como celulosa, hemicelulosa, quitina, quitosano y almidón; y proteínas tales como lignina, fibroína, sericina y colágeno.

Entre estas materias primas de biomasa, cuando se usan una materia prima que contiene celulosa que contiene celulosa cristalina y una materia prima que contiene quitina contiene quitina cristalina como materia prima que va a pulverizarse en el método para fabricar un material pulverizado de la presente invención, la reducción de la cristalinidad de las mismas tiene lugar junto con la pulverización, conduciendo así a una potenciación de la reactividad como materia prima de reacción para un derivado de celulosa; y, por tanto, son adecuadas como materia prima que va a pulverizarse en la presente invención.

Un ejemplo ilustrativo de la materia prima que contiene celulosa anterior incluye materiales de madera tales como diversas clases de virutas de madera, ramas podadas de diversas maderas, maderas de entresacado de bosques, ramas de árboles, residuos de construcción y demolición, y residuos de fábricas; pastas tales como una pasta de madera producida a partir de materiales de madera y una pasta de linteres de algodón obtenida a partir de fibras alrededor de una semilla de algodón; papeles tales como un periódico, una caja de cartón, una revista y un papel de alta calidad; tallos y hojas de una planta tales como pajas y tallos de maíz; y cáscaras vegetales tales como una cáscara de arroz, una cáscara de palma y una cáscara de coco. Entre las mismas, son preferibles una pasta y un material de madera.

En la materia prima que contiene celulosa usada en la presente invención como materia prima que va a pulverizarse, el contenido de celulosa (contenido de celulosa α) en el componente restante tras extraer agua a partir de la materia prima que contiene celulosa es preferiblemente del 20% o más en masa, más preferiblemente el 40% o más en masa, todavía más preferiblemente el 60% o más en masa, de manera todavía adicionalmente más preferible el 70% o más en masa, o incluso de manera todavía adicionalmente más preferible el 75% o más en masa. El límite superior del contenido de celulosa α es del 100% en masa. En este caso, el contenido de celulosa α puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos.

La celulosa en la materia prima que contiene celulosa comprende una porción cristalina y una porción amorfa. En la presente invención, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I se calcula mediante el método de Segal a partir de la intensidad de difracción mediante el método de difracción de rayos X, y puede definirse mediante la siguiente ecuación de cálculo (1). En los ejemplos se mostrarán condiciones de medición específicas para la difracción de rayos X.

$$\text{Índice de cristalinidad de celulosa tipo I (\%)} = \{(I_{22,6} - I_{18,5}) / I_{22,6}\} \times 100 \quad (1)$$

(En la ecuación, $I_{22,6}$ muestra la intensidad de difracción en el plano reticular (plano 002) (ángulo de difracción $2\theta=22,6^\circ$) del cristal de celulosa tipo I en la difracción de rayos X, e $I_{18,5}$ muestra la intensidad de difracción de la porción amorfa (ángulo de difracción $2\theta=18,5^\circ$)).

En este caso, la celulosa tipo I significa la estructura de cristal de una celulosa natural, y el índice de cristalinidad de celulosa tipo I significa la razón de la celulosa tipo I con respecto a la totalidad de la zona cristalina de la celulosa.

El índice de cristalinidad de celulosa tipo I de la celulosa en la materia prima que contiene celulosa que se usa como materia prima que va a pulverizarse en la presente invención no está particularmente limitado. Sin embargo, el tratamiento de pulverización para reducir el índice de cristalinidad de celulosa va acompañado habitualmente por la disminución del grado de polimerización debido a rotura de la cadena de celulosa. Con el fin de obtener el material que contiene celulosa pulverizado que tiene un alto grado de polimerización y en vista del coste de materia prima, es preferible usar la materia prima que contiene celulosa que se ha expuesto menos al tratamiento de pulverización para reducir el índice de cristalinidad. Por consiguiente, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I de la celulosa en la materia prima que contiene celulosa usada como materia prima que va a pulverizarse en la presente invención es preferiblemente de más del 33%, más preferiblemente el 40% o más, todavía más preferiblemente el 50% o más, o de manera todavía adicionalmente más preferible el 60% o más.

Por otro lado, obtener la materia prima que contiene celulosa que tiene un índice de cristalinidad extremadamente alto con un índice de cristalinidad de más del 95% es difícil; y, por tanto, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I de la celulosa en la materia prima que contiene celulosa es preferiblemente del 90% o menos, o más preferiblemente el 85% o menos.

Desde el punto de vista anterior, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I de la celulosa en la materia prima que contiene celulosa es preferiblemente de más del 33%, más preferiblemente en el intervalo del 40 al 100%, todavía más preferiblemente en el intervalo del 50 al 90%, o de manera todavía adicionalmente más preferible en el intervalo del 60 al 85%.

En la presente invención, la materia prima que va a pulverizarse que se pulveriza mediante el molino vibratorio puede tratarse mediante el tratamiento de corte, y el tratamiento de pulverización basto y/o el tratamiento de secado (estos se comentarán más adelante), aunque dependiendo de la clase de la materia prima.

2-2-1. Tratamiento de corte

En la presente invención, es preferible que la materia prima que va a pulverizarse que se pulveriza mediante el molino vibratorio se someta al tratamiento de corte por adelantado dependiendo de la forma y el tamaño de la misma.

En el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es la materia prima que contiene celulosa, el método para el tratamiento de corte de la materia prima que contiene celulosa puede seleccionarse de manera apropiada según la clase y la forma de la materia prima que contiene celulosa; y puede mencionarse un método que usa, por ejemplo, una o más clases de la máquina de corte seleccionada de una trituradora, un dispositivo de corte en tiras y un dispositivo de corte rotatorio.

En el caso en el que se usa la materia prima que contiene celulosa en forma de hoja, se usa preferiblemente la máquina de corte de una trituradora o un dispositivo de corte en tiras; y en vista de la productividad, es más preferible el uso de un dispositivo de corte en tiras.

El dispositivo de corte en tiras es el dispositivo de corte en el que se realiza el corte longitudinalmente mediante un dispositivo de corte de rodillo en una dirección longitudinal a lo largo de la dirección longitudinal de la hoja para obtener tiras estrechas, que después se cortan en una dirección transversal a lo largo de la dirección de anchura mediante una cuchilla fija y una cuchilla rotatoria; y usando este dispositivo de corte en tiras, puede obtenerse fácilmente la materia prima que contiene celulosa en forma de dados. Un ejemplo preferible del dispositivo de corte en tiras incluye un Sheet Pelletizer fabricado por Horai Co., Ltd. y un Super Cutter fabricado por Ogino Seiki Co., Ltd. Usando estas máquinas, la materia prima que contiene celulosa en forma de hoja puede cortarse en piezas cuadradas con un tamaño de aproximadamente 1 a 20 mm de lado.

Cuando materiales de madera tales como maderas de entresacado de bosques, ramas podadas de una madera y residuos de construcción y demolición, o materias primas que contienen celulosa distintas de las que están en forma de hoja, se cortan para dar piezas pequeñas, es preferible usar un dispositivo de corte rotatorio. El dispositivo de corte rotatorio está compuesto por una cuchilla rotatoria y un tamiz; y, usando este dispositivo de corte rotatorio, puede obtenerse fácilmente mediante una cuchilla rotatoria la materia prima que contiene celulosa de tamaño reducido mediante corte para dar las piezas menores que una abertura del tamiz. Mientras tanto, según sea necesario, puede disponerse una cuchilla fija de modo que puede realizarse el corte mediante la cuchilla rotatoria y la cuchilla fija.

En el caso en el que se usa el dispositivo de corte rotatorio, el tamaño de material pulverizado de manera basta que va a obtenerse puede controlarse cambiando la abertura del tamiz. La abertura del tamiz es preferiblemente de 1 mm o más, más preferiblemente 2 mm o más, o todavía más preferiblemente 3 mm o más; y preferiblemente de 70 mm o menos, más preferiblemente 50 mm o menos, o todavía más preferiblemente 40 mm o menos. Además, la abertura del tamiz está preferiblemente en el intervalo de 1 a 70 mm, más preferiblemente en el intervalo de 2 a 50 mm, o todavía más preferiblemente en el intervalo de 3 a 40 mm. Si la abertura del tamiz es de 1 mm o más, puede obtenerse un material pulverizado de manera basta que tiene una densidad aparente adecuada, de modo que puede mejorarse una propiedad de manipulación del mismo. Si la abertura del tamiz es de 70 mm o menos, la materia prima que va a pulverizarse tiene un tamaño adecuado en el tratamiento de pulverización mediante el molino vibratorio que sigue a continuación, de modo que puede reducirse la carga para la pulverización.

El tamaño de la materia prima que contiene celulosa obtenida tras el tratamiento de corte es preferiblemente de un cuadrado de 1 o más mm de lado, o más preferiblemente un cuadrado de 2 o más mm de lado; y preferiblemente un cuadrado de 70 o menos mm de lado, o más preferiblemente un cuadrado de 50 o menos mm de lado. Además, el tamaño de la materia prima que contiene celulosa obtenida tras el tratamiento de corte está preferiblemente en el intervalo de un cuadrado de 1 a 70 mm de lado, o más preferiblemente en el intervalo de un cuadrado de 2 a 50 mm de lado. Cuando el corte se realiza para dar el tamaño en el intervalo de un cuadrado de 1 a 70 mm de lado, el tratamiento de secado que sigue a continuación puede llevarse a cabo de manera eficiente y fácil; y, además, puede reducirse la carga para la pulverización en el tratamiento de pulverización que sigue a continuación.

2-2-2. Tratamiento de pulverización basto

La materia prima que va a pulverizarse, preferiblemente la materia prima que va a pulverizarse que se obtiene mediante el tratamiento de corte anteriormente mencionado, puede someterse al tratamiento de pulverización basto si es necesario.

El tratamiento de pulverización basto puede llevarse a cabo usando un pulverizador de un tipo de impacto, que se ha

usado con frecuencia en el pasado para pulverizar mecánicamente mediante la acción de una fuerza de cizalladura de compresión, tal como, por ejemplo, un molino de corte, un molino de martillo y un molino de púas.

5 En el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es la materia prima que contiene celulosa, con el fin de suprimir el cambio de la forma de material pulverizado de manera basta para dar una forma de tipo algodón, para mejorar una propiedad de manipulación del material pulverizado de manera basta y para aumentar la capacidad de tratamiento basándose en la masa, es preferible un tratamiento usando una máquina extrusora. La materia prima que contiene celulosa se convierte en polvos mediante la acción de la fuerza de cizalladura de compresión mediante el tratamiento de extrusión, mediante lo cual puede aumentarse la densidad aparente de la misma.

10 En cuanto a la máquina extrusora, puede usarse cualquiera de un tipo uniaxial y un tipo biaxial, aunque es preferible una máquina extrusora biaxial en vista de la capacidad de transporte potenciada y similares.

15 La máquina extrusora biaxial es la máquina extrusora que tiene dos husillos insertados dentro del cilindro para poder rotar libremente; y puede usarse cualquier máquina conocida hasta ahora. La rotación de los dos husillos puede ser en el mismo sentido o en sentidos opuestos; sin embargo, con el fin de potenciar la capacidad de transporte, es preferible la rotación en el mismo sentido.

20 Además, en cuanto a la condición de enganche de los husillos, puede usarse cualquier tipo de las máquinas extrusoras, tal como los tipos de enganche completo, enganche parcial y sin enganche; sin embargo, con el fin de potenciar la capacidad de tratamiento, son preferibles el tipo de enganche completo y el tipo de enganche parcial.

25 Con el fin de aplicar una fuerte tensión de cizalladura de compresión, la máquina extrusora está dotada preferiblemente de una denominada parte de disco de amasado en cualquier parte del husillo.

30 La parte de disco de amasado, que está compuesta por una pluralidad de discos de amasado, se forma combinando estos discos para desplazar sus posiciones continuamente a una determinada fase, por ejemplo 90° cada uno, de modo que mediante rotación del husillo se hace pasar de manera forzada la materia prima que contiene celulosa a través de un espacio estrecho entre los discos de amasado o entre el disco de amasado y el cilindro aportando de ese modo una fuerza de cizalladura extremadamente fuerte a la misma. El husillo está preferiblemente construido de tal manera que la parte de disco de amasado y una pluralidad de los segmentos de husillo están dispuestos de manera alternante. En el caso de una máquina extrusora biaxial, es preferible que estos dos husillos tengan la misma estructura.

35 En cuanto al método para el tratamiento de pulverización basto, es preferible un procedimiento continuo, en el que la materia prima que contiene celulosa anteriormente mencionada, preferiblemente la materia prima que contiene celulosa obtenida mediante el tratamiento de corte tal como se mencionó anteriormente, se carga en la máquina extrusora. La tasa de cizalladura es preferiblemente de 10 s⁻¹ o más rápida, más preferiblemente 20 s⁻¹ o más rápida, todavía más preferiblemente 50 s⁻¹ o más rápida, o de manera especialmente preferible 500 s⁻¹ o más rápida. Además, la tasa de cizalladura es más preferiblemente de 30000 s⁻¹ o más lenta, o todavía más preferiblemente 3000 s⁻¹ o más lenta. Además, la tasa de cizalladura está más preferiblemente en el intervalo de 20 a 30000 s⁻¹, todavía preferiblemente en el intervalo de 50 a 3000 s⁻¹, o de manera especialmente preferible en el intervalo de 500 a 3000 s⁻¹. Si la tasa de cizalladura es de 10 s⁻¹ o más rápida, puede tener lugar la pulverización eficazmente. No hay ninguna restricción particular en cuanto a otras condiciones, aunque la temperatura de tratamiento está preferiblemente en el intervalo de 5 a 200°C.

40 En cuanto al número del pase en la máquina extrusora, puede obtenerse un efecto suficiente mediante un pase; pero, en el caso en el que un pase no es suficiente, en vista de reducir el índice de cristalinidad y el grado de polimerización de la celulosa, es preferible llevar a cabo dos o más pases. En vista de la productividad, el número de pases de 1 a 10 es preferible. Repitiendo el pase, se pulverizan partículas gruesas de modo que puede obtenerse la materia prima que contiene celulosa en forma de polvo que tiene baja fluctuación en cuanto al diámetro de partícula. Cuando se llevan a cabo dos o más pases, en vista de la productividad, el tratamiento puede realizarse disponiendo una pluralidad de máquinas extrusoras en serie.

55 Con el fin de dispersar de manera eficiente la materia prima que contiene celulosa en el molino vibratorio en el procedimiento de tratamiento de pulverización que se mencionará más adelante, la mediana del diámetro de la materia prima que contiene celulosa obtenida tras el tratamiento de pulverización basto es preferiblemente de 0,3 mm o más, más preferiblemente 0,35 mm o más, o todavía más preferiblemente 0,4 mm o más; y preferiblemente de 1 mm o menos, más preferiblemente 0,7 mm o menos, o todavía más preferiblemente 0,6 mm o menos. Además, la mediana del diámetro de la materia prima que contiene celulosa obtenida tras el tratamiento de pulverización basto está preferiblemente en el intervalo de 0,3 a 1 mm, más preferiblemente en el intervalo de 0,35 a 0,7 mm, o todavía más preferiblemente en el intervalo de 0,4 a 0,6 mm. Si la mediana del diámetro de la materia prima que contiene celulosa obtenida tras el tratamiento de pulverización basto es de 1 mm o menos, la materia prima que contiene celulosa puede dispersarse de manera eficiente en el molino vibratorio, de modo que puede obtenerse un diámetro de partícula pretendido sin requerir un periodo de tiempo prolongado para el tratamiento de pulverización que se mencionará más adelante. Por otro lado, el límite inferior de esta mediana del diámetro es

preferiblemente de 0,3 mm o más en vista de la productividad. Mientras tanto, la mediana del diámetro mencionada anteriormente puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos.

2-2-3. Tratamiento de secado

Si la materia prima que va a pulverizarse es una materia prima de biomasa, especialmente si es la materia prima que contiene celulosa, es preferible que la materia prima que va a pulverizarse, preferiblemente la materia prima que va a pulverizarse que se obtiene mediante el tratamiento de corte y/o el tratamiento de pulverización basto tal como se mencionó anteriormente, se someta a un tratamiento de secado antes del tratamiento de pulverización mediante el molino vibratorio.

Las materias primas de biomasa que pueden usarse generalmente, tales como una pasta comercialmente disponible, hojas y tallos de una planta, un material de madera, un alga marina, una basura de cocina, un papel, un animal muerto, unos excrementos de animal, una cáscara vegetal, un crustáceo y plancton, contienen generalmente más del 5% en masa de agua, habitualmente en el intervalo de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 30% en masa. Por consiguiente, en la presente invención, con el fin de potenciar la eficiencia de pulverización, el contenido de agua en la materia prima de biomasa se controla preferiblemente al 4,5% o menos en masa llevando a cabo el tratamiento de secado; más preferiblemente el 4% o menos en masa, todavía más preferiblemente el 3% o menos en masa, de manera todavía adicionalmente más preferible el 2% o menos en masa, o de manera particularmente preferible el 1% o menos en masa. Si el contenido de agua es del 4,5% o menos en masa, se aumenta la eficiencia de pulverización; y en el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es una materia prima cristalina de biomasa tal como la materia prima que contiene celulosa y una materia prima que contiene quitina, se aumenta la tasa para reducir la cristalinidad de modo que la reducción de la cristalinidad puede realizarse de manera eficiente mediante el tratamiento de pulverización en poco tiempo; y, además, en el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es la materia prima que contiene celulosa, puede reducirse el índice de cristalinidad de celulosa tipo I de la celulosa en la materia prima que contiene celulosa (esto se mencionará más adelante). Por otro lado, el límite inferior del contenido de agua es, en vista de la productividad y la eficiencia de secado, preferiblemente del 0,2% o más en masa, más preferiblemente el 0,3% o más en masa, o todavía más preferiblemente el 0,4% o más en masa. Desde estos puntos de vista, el contenido de agua en la materia prima de biomasa usada en el método de fabricación de la presente invención está preferiblemente en el intervalo del 0,2 al 4,5% en masa, más preferiblemente en el intervalo del 0,3 al 3% en masa, todavía más preferiblemente en el intervalo del 0,4 al 2% en masa, o de manera todavía adicionalmente más preferible en el intervalo del 0,4 al 1% en masa.

El contenido de agua mencionado anteriormente puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos.

En cuanto al método de secado, pueden usarse métodos conocidos hasta ahora seleccionándolos de manera apropiada; y un ejemplo ilustrativo de los mismos incluye un método de secado por soplado caliente, un método de secado por transferencia de calor indirecta, un método de secado por aire seco, un método de secado por soplado frío, un método de secado por microondas, un método de secado por infrarrojos, un método de secado por luz solar, un método de secado a vacío y un método de secado por congelación.

En los métodos de secado anteriormente mencionados, puede usarse una secadora seleccionada de manera apropiada a partir de secadoras conocidas hasta ahora. Por ejemplo, puede mencionarse las secadoras descritas en la página 176 de "Outline of Powder Technology" (editado por The Association of Powder Process Industry and Engineering, JAPAN (Incorporated Association), publicado por The Information Center of Particle Technology, Japan en 1995).

Cada uno de estos métodos de secado y secadoras pueden usarse de manera individual o como combinación de dos o más de los mismos. El tratamiento de secado puede realizarse mediante cualquiera de un procedimiento discontinuo y un procedimiento continuo; pero, en vista de la productividad, es preferible un procedimiento continuo.

En cuanto a la secadora continua, es preferible una secadora de agitación horizontal del tipo de transferencia de calor indirecta en vista de la conductividad térmica. Además, es preferible una secadora de agitación horizontal biaxial debido a la supresión de la formación de polvos finos y la estabilidad en la descarga continua. En cuanto a la secadora de agitación horizontal biaxial, puede usarse de manera adecuada un dispositivo Nara Puddle Dryer fabricado por Nara Machinery Co., Ltd.

La temperatura en el tratamiento de secado no puede determinarse rotundamente en vista de un método de secado, un tiempo de secado y similares; pero es preferiblemente de 10°C o superior, más preferiblemente 25°C o superior, o todavía más preferiblemente 50°C o superior; y preferiblemente de 250°C o inferior, más preferiblemente 180°C o inferior, o todavía más preferiblemente 150°C o inferior. Además, la temperatura en el tratamiento de secado está preferiblemente en el intervalo de 10 a 250°C, más preferiblemente en el intervalo de 25 a 180°C, o todavía más preferiblemente en el intervalo de 50 a 150°C. El tiempo para el tratamiento de secado es preferiblemente de 0,01 o más horas, o más preferiblemente 0,02 o más horas; y preferiblemente de 2 o menos horas, o más preferiblemente 1 o menos horas. Además, el tiempo para el tratamiento de secado está preferiblemente en el intervalo de 0,01 a

2 horas, o más preferiblemente en el intervalo de 0,02 a 1 horas. El tratamiento de secado puede realizarse a presión reducida si es necesario; y la presión es preferiblemente de 1 kPa o superior, o más preferiblemente 50 kPa o superior; y preferiblemente de 120 kPa o inferior, o más preferiblemente 105 kPa o inferior. Además, la presión está preferiblemente en el intervalo de 1 a 120 kPa, o más preferiblemente en el intervalo de 50 a 105 kPa.

5

2-2-4. Tratamiento de pulverización

La materia prima que va a pulverizarse, o la materia prima que va a pulverizarse que se trata según sea necesario mediante el tratamiento de corte, y el tratamiento de pulverización basto y/o el tratamiento de secado tal como se mencionó anteriormente, se pulveriza mediante el molino vibratorio de la presente invención. En la presente invención, este tratamiento se denomina algunas veces "tratamiento de pulverización".

10

El método para fabricar un material pulverizado de la presente invención tiene un procedimiento de tratamiento de pulverización en el que la materia prima que va a pulverizarse se introduce en el recipiente 1 de pulverización del molino vibratorio de la presente invención, mediante lo cual la materia prima que va a pulverizarse se pulveriza haciendo vibrar el recipiente 1 de pulverización. El método para este tratamiento de pulverización puede ser o bien un procedimiento discontinuo en el que la materia prima que va a pulverizarse se introduce dentro del recipiente 1 de pulverización del molino vibratorio por adelantado, y después se descarga el material pulverizado tras un determinado tiempo del tratamiento de pulverización, o bien un procedimiento continuo en el que la materia prima que va a pulverizarse se introduce de manera continua desde el orificio de introducción, mientras que al mismo tiempo se descarga de manera continua el material pulverizado desde el orificio de descarga. En vista de la producción continua industrial, es preferible el procedimiento continuo.

15

20

Si el tratamiento de pulverización se realiza mediante el procedimiento discontinuo, la cantidad de llenado de la materia prima que va a pulverizarse durante el tratamiento de pulverización no está particularmente limitada; sin embargo, con el fin de hacer vibrar los medios de manera suave, el volumen de la materia prima que va a pulverizarse que se llena en el recipiente 1 de pulverización con respecto al volumen restante tras restar los volúmenes del medio cilíndrico y el medio de pulverización a partir del volumen de espacio del recipiente 1 de pulverización (a continuación en el presente documento, este volumen restante se denomina algunas veces "volumen práctico dentro del recipiente de pulverización") es preferiblemente del 99% o menos en volumen, más preferiblemente el 95% o menos en volumen, todavía más preferiblemente el 90% o menos en volumen, de manera todavía adicionalmente más preferible el 85% o menos en volumen, incluso de manera todavía adicionalmente más preferible el 80% o menos en volumen.

25

30

Por otro lado, si la cantidad de la materia prima que va a pulverizarse es pequeña, aumenta la colisión entre el medio cilíndrico y el medio de pulverización que no participa en la pulverización, o la colisión entre estos propios medios de pulverización, conduciendo así a una reducción de la eficiencia de pulverización. Por consiguiente, con el fin de mejorar la eficiencia de pulverización, el volumen llenado de la materia prima que va a pulverizarse con respecto al volumen práctico dentro del recipiente de pulverización es preferiblemente del 1% o más en volumen, más preferiblemente el 3% o más en volumen, todavía más preferiblemente el 5% o más en volumen, de manera todavía adicionalmente más preferible el 10% o más en volumen, o incluso de manera todavía adicionalmente más preferible el 15% o más en volumen.

35

40

En este caso, el volumen de la materia prima que va a pulverizarse que se llena en el recipiente 1 de pulverización significa el volumen que se obtiene dividiendo el peso de la materia prima que va a pulverizarse llenada entre la densidad relativa aparente (compactada) de la materia prima que va a pulverizarse.

45

Si el tratamiento de pulverización se realiza mediante el procedimiento continuo, una realización preferible de la cantidad de residencia de la materia prima que va a pulverizarse dentro del recipiente 1 de pulverización es la misma que en el procedimiento discontinuo excepto porque la "cantidad llenada de la materia prima que va a pulverizarse" en el procedimiento discontinuo se cambia por la "cantidad de residencia de la materia prima que va a pulverizarse dentro del recipiente 1 de pulverización", y porque el "volumen llenado de la materia prima que va a pulverizarse" en el procedimiento discontinuo se cambia por el "volumen de residencia de la materia prima que va a pulverizarse dentro del recipiente 1 de pulverización".

50

55

La frecuencia de vibración y la amplitud de vibración del recipiente de pulverización durante el tratamiento de pulverización y los intervalos preferibles de los mismos son los mismos que los mencionados anteriormente en los párrafos referentes al recipiente de pulverización.

60

65

El tratamiento de pulverización puede realizarse hasta que puede obtenerse el material pulverizado que tiene un diámetro de partícula pretendido o que tiene una cristalinidad reducida pretendida. El tiempo necesario para que cambie depende de la cantidad que va a tratarse, de modo que el tiempo necesario para el tratamiento de pulverización no puede determinarse rotundamente; pero el tiempo está habitualmente en el intervalo de 1 minuto a 10 horas; sin embargo, en vista del diámetro de partícula del material pulverizado que va a obtenerse, la cantidad del material con cristalinidad reducida durante el tratamiento de pulverización, y la eficiencia de producción, el tiempo es preferiblemente de 2 minutos o más prolongado, más preferiblemente 3 minutos o más prolongado, o todavía más

preferiblemente 5 minutos o más prolongado; y preferiblemente de 3 horas o más corto, más preferiblemente 1 hora o más corto, o todavía más preferiblemente 30 minutos o más corto. Además, el tiempo necesario para el tratamiento de pulverización está preferiblemente en el intervalo de 2 minutos a 3 horas, más preferiblemente en el intervalo de 3 minutos a 1 hora, o todavía más preferiblemente en el intervalo de 5 minutos a 30 minutos.

Es preferible que el material pulverizado obtenido mediante el método de fabricación de la presente invención tenga su mediana del diámetro de partícula reducida hasta el intervalo de 1 a 80 μm . En cuanto a la mediana del diámetro de partícula pretendida, cuando la mediana del diámetro del material pulverizado se vuelve de 80 μm o menos, aunque depende de la materia prima que va a pulverizarse, no sólo se mejora la propiedad de manipulación del mismo, sino que también se aumenta el área de superficie específica del mismo, conduciendo así a una potenciación de diversas reactividades químicas. La mediana del diámetro del material pulverizado puede obtenerse mediante el método de medición mostrado en los ejemplos.

En el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es la materia prima que contiene celulosa, cuando la mediana del diámetro de la materia prima que contiene celulosa se vuelve de 80 μm o menos, no sólo se mejora la propiedad de manipulación de la misma sino que también se aumenta el área de superficie específica de la misma, de modo que se aumenta el área de contacto con un reactante durante el tiempo de reacción química de la celulosa, conduciendo por tanto a una potenciación de la reactividad química de la misma.

En el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es la materia prima que contiene un material cristalino tal como una materia prima que contiene celulosa y una materia prima que contiene quitina, la reducción de la cristalinidad de la misma tiene lugar junto con la pulverización de la misma mediante el método para fabricar el material pulverizado según la presente invención, conduciendo así a una potenciación de la reactividad química del material pulverizado.

En el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es la materia prima que contiene celulosa, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I, calculado a partir de la ecuación de cálculo (1) anteriormente mencionada, de la celulosa contenida en el material pulverizado que se obtiene mediante el método de la presente invención se reduce hasta preferiblemente el 33% o menos.

El índice de cristalinidad también está relacionado con propiedades físicas y químicas de la celulosa, y cuanto mayor es el índice, mayor se vuelve la cristalinidad de la celulosa, conduciendo así a una menor porción amorfa; y, por tanto, aunque la dureza, densidad y similares se vuelven superiores, la elongación, flexibilidad, solubilidad en agua o un disolvente y reactividad química se vuelven inferiores.

Si el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa es del 33% o menos, la reactividad química de la celulosa es alta. Por consiguiente, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I de la celulosa en el material pulverizado obtenido mediante el método de fabricación de la presente invención es preferiblemente del 33% o menos, más preferiblemente el 25% o menos, todavía más preferiblemente el 10% o menos, o de manera todavía adicionalmente más preferible el 5% o menos.

Si el tratamiento de pulverización se lleva a cabo mediante el método para fabricar un material pulverizado de la presente invención, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I obtenido a partir de la ecuación de cálculo (1) puede volverse un valor negativo dependiendo del tiempo de pulverización y similares. La reducción del grado de polimerización mediante rotura de la cadena de celulosa también tiene lugar mediante este tratamiento de pulverización; y, por tanto, con el fin de obtener el material que contiene celulosa pulverizado que tiene un grado de polimerización promedio adicionalmente superior, el índice de cristalinidad de celulosa tipo I de la celulosa en el material pulverizado obtenido mediante el método de fabricación de la presente invención es preferiblemente de -30% o más, más preferiblemente -20% o más, o todavía más preferiblemente -10% o más.

Con respecto a las realizaciones anteriormente mencionadas, la presente invención divulga los métodos de fabricación tal como se exponen en las reivindicaciones 1 a 13 y el molino vibratorio tal como se expone en la reivindicación 14.

Ejemplos

La mediana del diámetro de la pasta usada como materia prima que va a pulverizarse y del material pulverizado así como el contenido de agua en el mismo usados en los ejemplos, el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en la pasta y en el material pulverizado de la pasta, el contenido de celulosa α en la pasta, y la densidad relativa aparente (compactada) de la pasta se midieron mediante los métodos mostrados a continuación.

(1) Medición de la mediana del diámetro

Se midió la mediana del diámetro de la pasta o la quitina tras el tratamiento de pulverización usando el instrumento de medición de la distribución del diámetro de partícula mediante dispersión y difracción láser LA-920 (fabricado por Horiba Ltd.). La condición de medición fue la siguiente: se trató la muestra con una onda de ultrasonidos durante

1 minuto antes de la medición del diámetro de partícula, y se midió la mediana del diámetro de la misma basándose en el volumen a 25°C usando etanol como medio de dispersión durante la medición. Específicamente, antes de la medición de la mediana del diámetro, se añadió la pasta o la quitina tras el tratamiento de pulverización a etanol de tal manera que la concentración tras la adición podía llegar a ser del 70 al 95% como transmitancia de la misma, y después se dispersó mediante tratamiento por ultrasonidos durante 1 minuto; y después de eso, se realizó la medición.

(2) Medición del contenido de agua

Se midió el contenido de agua usando el medidor de agua por IR MOC-120H (fabricado por Shimadzu Corp.) a 120°C, en el que el punto en el que la tasa de cambio de peso durante 30 segundos se volvió del 0,05% o menos se tomó como el punto final de la medición.

(3) Cálculo del índice de cristalinidad

Se calculó el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en la pasta o en el material pulverizado de la pasta según la ecuación de cálculo (1) anteriormente mencionada midiendo la intensidad de difracción de rayos X de la pasta o del material pulverizado de la pasta usando el difractómetro de rayos X Rigaku RINT 2500VC (fabricado por Rigaku Corp.) con las siguientes condiciones.

Es decir, se realizó la medición con una fuente de rayos X de radiación Cu/K α , una tensión de tubo de 40 kV, una corriente de tubo de 120 mA, un intervalo de medición de $2\theta=5$ a 45° y una tasa de exploración de rayos X de 10 $^\circ$ /minuto. La muestra para la medición fue un gránulo que tenía un área de 320 mm 2 y un grosor de 1 mm preparado mediante compresión.

(4) Medición del contenido de celulosa α

Se midió el contenido de celulosa α en la pasta basándose en el método descrito en las páginas 95 a 96 de "Experimental Manual in Wood Science" editado por The Japan Wood Research Society (2000, publicado por Buneido Publishing Co., Ltd.).

Es decir, en primer lugar se pesaron de 10 a 20 g de una materia prima, y después, tras haberse mezclado con aproximadamente 150 ml de un disolvente mixto de etanol y 1,2-dicloroetano con una razón en volumen de 1:2, se sometió la mezcla resultante a ebullición a reflujo en un extractor Soxhlet durante 6 horas. Se secó la muestra tras la extracción en un horno de vacío a 60°C durante 4 horas para obtener la muestra desgrasada. Se llevó la muestra desgrasada así obtenida (2,5 g) a un matraz Erlenmeyer de 300 ml y después se mezcló con aproximadamente 150 ml de agua destilada, 1,0 g de hipoclorito de sodio y 0,2 ml de ácido acético; y tras taparse sin apretar el matraz Erlenmeyer, se calentó en un baño de agua a de 70 a 80°C durante 1 hora mientras se agitaban los componentes de vez en cuando. Después de eso, mientras se mantenía la temperatura como estaba, se añadieron al mismo 1,0 g de hipoclorito de sodio y 0,2 ml de ácido acético; y después se calentó esta mezcla en un baño de agua a de 70 a 80°C durante 1 hora. Después se repitió dos veces el mismo procedimiento de calentamiento con hipoclorito de sodio y ácido acético que antes. Se recogió el material blanco en el mismo mediante filtración por succión usando un filtro de vidrio 1G-3, se lavó con agua fría y acetona, se secó en un horno de secado a vacío a 105°C durante 6 horas, y después se dejó reposar para enfriarse en un desecador. Se usó la materia residual en el filtro tras enfriarse como muestra de holocelulosa. Se obtuvo la cantidad de la holocelulosa como el aumento de peso entre antes y después de la filtración; y se obtuvo el contenido de holocelulosa B (% en masa) en la materia prima mediante la siguiente ecuación.

$$B = \text{peso aumentado del filtro} / 2,5 \text{ g} \times 100$$

Tras llevarse 1,0 g de la muestra de holocelulosa y 25 ml de hidróxido de sodio acuoso al 17,5% a un vaso de precipitados de 300 ml, se cubrió el vaso de precipitados con un vidrio de reloj y después se dejó reposar en un baño a temperatura constante a 20°C durante 3 minutos; y después se aplastó ligeramente la muestra mediante una varilla de vidrio durante 5 minutos para producir un estado hinchado. Se dejó reposar de nuevo la muestra a 20°C en el vaso de precipitados tras cubrirlo con un vidrio de reloj; y después, tras 30 minutos desde la adición del hidróxido de sodio acuoso a la muestra, se añadieron 25 ml de agua destilada a la misma. Tras agitarse la mezcla resultante durante exactamente 1 minuto, se dejó reposar durante 5 minutos, y después se filtró mediante succión usando un filtro de vidrio 1G-3 y se lavó rápidamente con agua a 20°C hasta que el filtrado del mismo se volvió neutro. Al sustrato así recogido se le añadieron adicionalmente 40 ml de ácido acético acuoso al 10%, y se filtró mediante succión para retirar lo más posible el líquido presente en el mismo. Después, se lavó mediante 1 litro de agua en ebullición, se secó en un horno de secado a 105°C a vacío durante 6 horas, y después se dejó reposar para enfriarse en un desecador. Se usó la materia residual en el filtro tras el enfriamiento como muestra de celulosa α . Se obtuvo la cantidad de la celulosa α como el aumento de peso entre antes y después de la filtración; y se obtuvo el contenido de celulosa α C (% en masa) en la holocelulosa mediante la siguiente ecuación.

$$C = \text{peso aumentado del filtro} / 1,0 \text{ g} \times 100$$

Después, se secó la muestra de celulosa α obtenida a 575°C durante 12 horas. Midiendo los pesos antes y después del secado, se obtuvo la cantidad de ceniza D (% en masa) mediante la siguiente ecuación.

5

$$D = \text{peso después del secado} / \text{peso antes del secado} \times 100$$

A partir de los resultados anteriores, se obtuvo el contenido de celulosa α E (% en masa) en la materia prima sin ceniza mediante la siguiente ecuación.

10

$$E = B \times C \div 100 \times (1 - D \div 100)$$

(5) Medición de la densidad relativa aparente (compactada)

15 Se midió la densidad relativa aparente (compactada), la densidad aparente, usando un dispositivo Powder Tester (fabricado por Hosokawa Micron Corp.). Se llevó el volumen a aproximadamente 200 ml acoplando una tapa adjunta a la parte superior del recipiente especificado (volumen de 100 ml). En el caso en el que se usó la muestra de pasta, se cargó suavemente la pasta en el recipiente usando una cuchara para llenar el recipiente con la pasta. En el caso en el que se usó la muestra de quitina, se vertió la muestra en el recipiente a través de un conducto mientras se hacía vibrar un tamiz que tenía una abertura de 710 μm . Usando la función de golpes ligeros del dispositivo Powder Tester, se realizaron golpes ligeros 180 veces durante 180 segundos. Tras los golpes ligeros, se retiró suavemente la tapa, y después se cortó la muestra adicional por encima del recipiente de 100 ml; y después se midió el peso de la muestra en el recipiente de 100 ml para calcular la densidad relativa aparente (compactada).

25 Ejemplo 1 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la primera realización)

Tratamiento de corte:

30 Como materia prima que va a pulverizarse, se cortó la materia prima que contiene celulosa, es decir, la pasta de madera en forma de hoja (HV+, fabricada por Tembec Inc. (aproximadamente 800 mm de anchura x aproximadamente 600 mm de longitud x aproximadamente 1,0 mm de grosor; índice de cristalinidad del 80%, contenido de celulosa α del 96% en masa, y contenido de agua del 8,0% en masa) usando las tijeras para dar un tamaño de aproximadamente 200 mm de anchura x aproximadamente 600 mm de longitud x aproximadamente 1,0 mm de grosor, y después se cortó para dar un tamaño de aproximadamente 3 mm x aproximadamente 1,5 mm x aproximadamente 1,0 mm usando el dispositivo Sheet Pelletizer SG(E)-220 (fabricado por Horai Co., Ltd.), un dispositivo de corte en tiras.

40 Tratamiento de secado

La pasta obtenida mediante el tratamiento de corte se secó usando una secadora de agitación horizontal biaxial (Nara Puddle Dryer NPD-1.6W (1/2), fabricada por Nara Machinery Co., Ltd.). La temperatura de secado era de 140°C, en la que se secaron 8 kg de la pasta cargada en la misma por adelantado mediante un procedimiento discontinuo durante 60 minutos, conduciendo así al 0,8% en masa como contenido de agua en la pasta. Después de eso, se inclinó la secadora 2° para secar la pasta mediante un procedimiento continuo. Durante este tratamiento, la tasa de carga de la pasta era de 18 kg/hora. El contenido de agua en la pasta secada mediante este procedimiento continuo también era del 0,8% en masa. Se mantuvo la pasta secada así obtenida en una bolsa compuesta por aluminio hasta justo antes del tratamiento de pulverización para evitar la absorción de humedad durante el almacenamiento. El índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en la pasta tras el tratamiento de secado era del 81% según se calculó a partir de la intensidad de la difracción de rayos X.

Tratamiento de pulverización

55 Dentro del recipiente de pulverización del molino vibratorio de tipo discontinuo MB-1 (volumen de recipiente total de 3,58 litros, siendo el diámetro interno del mismo de 142 mm y siendo la longitud en la dirección longitudinal del mismo de 226 mm, fabricado por Chuoh Kakohki Co., Ltd.) se dispuso el medio cilíndrico compuesto por un acero inoxidable con un diámetro externo de 126 mm, un diámetro interno de 98 mm y una longitud de 210 mm en la dirección del eje del mismo mientras que se dividía de manera uniforme en 10 en la dirección del eje del mismo (concretamente la longitud del medio cilíndrico individual dividida en la dirección del eje del mismo es de 21 mm), en el que la disposición del mismo se realizó de tal manera que la dirección del eje del medio cilíndrico podía estar en paralelo con la dirección del eje del recipiente de pulverización. Además, como medio de pulverización, se dispusieron 6 medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían forma de columna con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 210 mm dentro del medio cilíndrico. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 56,2%.

65

Además, se cargaron 100 g de la pasta obtenida mediante el tratamiento de secado (densidad relativa aparente (compactada) de 0,18 g/ml) dentro del recipiente de pulverización del molino vibratorio de tipo discontinuo, y después se hizo vibrar el recipiente de pulverización con una amplitud de vibración de 8 mm y una frecuencia de vibración de 20 Hz. Tras llevarse a cabo esta vibración durante 10 minutos, se recuperó el material pulverizado. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 62,4 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 2,0%.

Ejemplo 2 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la primera realización)

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque los medios de pulverización dispuestos dentro del medio cilíndrico se cambiaron por 55 medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían una forma de columna con un diámetro externo de 10 mm y una longitud de 210 mm. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 57,3%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 70,9 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 20,7%.

Ejemplo 3 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la primera realización)

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque los medios de pulverización dispuestos dentro del medio cilíndrico se cambiaron por 52 medios esféricos compuestos por un acero inoxidable y que tenían un diámetro de 30 mm. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios esféricos con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 46,4%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 79,0 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 12,1%.

Ejemplo 4 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la primera realización)

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque el medio cilíndrico dispuesto dentro del recipiente de pulverización se cambió por el medio cilíndrico compuesto por un acero inoxidable con un diámetro externo de 126 mm, un diámetro interno de 98 mm y una longitud de 210 mm en la dirección del eje del mismo no dividida en la dirección del eje del mismo. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 56,2%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 68,4 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del -1,9%.

Ejemplo 5 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la primera realización)

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque el material de construcción del medio cilíndrico dispuesto dentro del recipiente de pulverización se cambió por aluminio, y porque el número de los medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían una forma de columna con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 210 mm se cambió a 7. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 65,6%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 63,6 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del -7,8%.

Ejemplo 6 (pulverización de materia prima que contiene quitina mediante el pulverizador según la primera realización)

Como materia prima que va a pulverizarse, se usó quitina (fabricada por Wako Pure Chemical Industries, Ltd.). La mediana del diámetro de la materia prima quitina era de 170,8 μm , y el contenido de agua de la misma era del 8,6%. Se secó esta materia prima de quitina usando un horno de secado (secadora de vacío a temperatura constante DRV 320DA, fabricada por ADVANTEC Co., Ltd.) de tal manera que el contenido de agua de la quitina tras el secado podía llegar a ser del 0,7%.

Se llevó a cabo la pulverización de 100 g de la quitina secada (densidad relativa aparente (compactada) de 0,20 g/ml) de la misma manera que el tratamiento de pulverización del ejemplo 1. La mediana del diámetro de la quitina pulverizada así obtenida era de 24,0 μm .

Ejemplo 7 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la segunda realización)

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque el medio cilíndrico A compuesto por un acero inoxidable con un diámetro externo de 126 mm, un diámetro interno de 98 mm y una longitud de 210 mm en la dirección del eje del mismo mientras que se dividía de manera uniforme en 10 en la dirección del eje del mismo se dispuso de tal manera que la dirección del eje del medio cilíndrico A podía estar en paralelo con la dirección del eje del recipiente de pulverización, el medio cilíndrico B compuesto por un acero inoxidable con un diámetro externo de 82 mm, un diámetro interno de 54 mm y una longitud de 210 mm en la dirección del eje del mismo mientras que se dividía de manera uniforme en 10 en la dirección del eje del mismo se dispuso dentro del medio cilíndrico A de tal manera que la dirección del eje del medio cilíndrico B podía estar en paralelo con la dirección del eje del recipiente de pulverización, y 3 medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían una forma de columna con un diámetro externo de 20 mm y una longitud de 210 mm se dispusieron dentro del medio cilíndrico B. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico B era del 41,2%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 63,4 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 11,3%.

Ejemplo 8 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la primera realización)

Se llevaron a cabo el tratamiento de corte y el tratamiento de secado de la misma manera que los del ejemplo 1 para obtener la pasta secada. Después, se llevó a cabo el tratamiento de pulverización de la siguiente manera: dentro del recipiente de pulverización del molino vibratorio de tipo discontinuo FV-10 (volumen de recipiente total de 32,9 litros, siendo el diámetro interno del mismo de 284 mm y siendo la longitud en la dirección longitudinal del mismo de 520 mm, fabricado por Chuoh Kakohki Co., Ltd.) se dispuso el medio cilíndrico compuesto por un acero inoxidable con un diámetro externo de 267 mm, un diámetro interno de 237 mm y una longitud de 510 mm en la dirección del eje del mismo mientras que se dividía de manera uniforme en 10 en la dirección del eje del mismo (concretamente la longitud del medio cilíndrico individual dividida en la dirección del eje del mismo es de 51 mm) de tal manera que la dirección del eje del medio cilíndrico podía estar en paralelo con la dirección del eje del recipiente de pulverización. Además, como medio de pulverización, se dispusieron 30 medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían una forma de columna con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 510 mm dentro del medio cilíndrico. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 48,1%. Después, se cargaron 920 g de la pasta obtenida mediante el tratamiento de secado (densidad relativa aparente (compactada) de 0,18 g/ml) dentro del recipiente de pulverización del molino vibratorio de tipo discontinuo, y después se hizo vibrar el recipiente de pulverización con una amplitud de vibración de 8 mm y una frecuencia de vibración de 20 Hz. Tras llevar a cabo esta vibración durante 10 minutos, se recuperó el material pulverizado. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 63,5 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 26,0%.

Ejemplo 9 (pulverización de materia prima que contiene celulosa mediante el pulverizador según la primera realización)

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 8, excepto porque, como medio cilíndrico dispuesto dentro del recipiente de pulverización, se dispuso el medio cilíndrico, dividido uniformemente 20 en la dirección del eje del mismo, compuesto por un acero inoxidable y que tenía un diámetro externo de 267 mm, un diámetro interno de 237 mm y una longitud de 510 mm en la dirección del eje del mismo (concretamente la longitud del medio cilíndrico individual dividida en la dirección del eje del mismo es de 25,5 mm) de tal manera que la dirección del eje del medio cilíndrico podía estar en paralelo con la dirección del eje del recipiente de pulverización, y, además, como medio de pulverización, se dispusieron 46 medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían una forma de columna con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 510 mm dentro del medio cilíndrico, y, además, se cambió la frecuencia de vibración del recipiente vibratorio a 16 Hz. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 73,7%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 63,0 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 9,2%.

Ejemplo comparativo 1

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque no se dispuso el medio cilíndrico dentro del recipiente de pulverización mientras que sólo se dispusieron 6 medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían una forma de columna con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 210 mm. El índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado así obtenido era del 68,5%. El material pulverizado tras la pulverización estaba en forma de virutas que tenían un diámetro de partícula de aproximadamente 1 mm mediante observación visual; y, por tanto, la mediana del diámetro del mismo no pudo medirse mediante el instrumento de medición de la distribución del diámetro de partícula mediante dispersión y difracción láser.

Ejemplo comparativo 2

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo comparativo 1, excepto porque el número del medio de tipo varilla compuesto por un acero inoxidable y que tenía una forma de columna con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 210 mm que se dispusieron dentro del recipiente de pulverización se cambió a 13. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 84,0 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 33,3%.

Ejemplo comparativo 3

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo comparativo 1, excepto porque los medios de pulverización dispuestos dentro del recipiente de pulverización se cambiaron por 117 de los medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable y que tenían una forma de columna con un diámetro externo de 10 mm y una longitud de 210 mm. El índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado así obtenido era del 58,6%. El material pulverizado tras la pulverización estaba en forma de virutas que tenían un diámetro de partícula de aproximadamente 1 mm mediante observación visual; y, por tanto, la mediana del diámetro del mismo no pudo medirse mediante el instrumento de medición de la distribución del diámetro de partícula mediante dispersión y difracción láser.

Ejemplo comparativo 4

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo comparativo 1, excepto porque los medios de pulverización dispuestos dentro del recipiente de pulverización se cambiaron por 115 de los medios esféricos compuestos por un acero inoxidable con un diámetro de 30 mm. El índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado así obtenido era del 64,2%. El material pulverizado tras la pulverización estaba en forma de virutas que tenían un diámetro de partícula de aproximadamente 1 mm mediante observación visual; y, por tanto, la mediana del diámetro del mismo no pudo medirse mediante el instrumento de medición de la distribución del diámetro de partícula mediante dispersión y difracción láser.

Ejemplo comparativo 5

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque el medio cilíndrico compuesto por un acero inoxidable con un diámetro externo de 126 mm, un diámetro interno de 98 mm y una longitud de 210 mm en la dirección del eje del mismo mientras que se dividía de manera uniforme en 10 en la dirección del eje del mismo se dispuso de tal manera que la dirección del eje del medio cilíndrico podía estar en paralelo con la dirección del eje del recipiente de pulverización, mientras que no se dispusieron los medios de pulverización dentro del medio cilíndrico. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 93,7 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 45,0%.

Ejemplo comparativo 6

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque los medios de pulverización dispuestos dentro del recipiente de pulverización se cambiaron por un medio de tipo varilla compuesto por un acero inoxidable y que tenía una forma de columna con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 210 mm. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 9,4%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 157,6 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 46,0%.

Ejemplo comparativo 7

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque los medios de pulverización dispuestos dentro del recipiente de pulverización se cambiaron por 2 medios de tipo varilla compuestos por un acero inoxidable con un diámetro externo de 30 mm y una longitud de 210 mm. En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 18,7%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 109,1 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 35,6%.

Ejemplo comparativo 8

Se llevó a cabo la pulverización de la misma manera que la del ejemplo 1, excepto porque los medios de pulverización dispuestos dentro del recipiente de pulverización se cambiaron por un medio de tipo varilla compuesto por un acero inoxidable con un diámetro externo de 74 mm y una longitud de 210 mm mientras que se dividía de manera uniforme en 10 en la dirección del eje del mismo (figura 5 y figura 6). En este momento, la razón del valor integrado de los volúmenes de los medios de tipo varilla con respecto al volumen de espacio dentro del medio cilíndrico era del 57,0%. La mediana del diámetro del material pulverizado así obtenido era de 88,1 μm , y el índice de cristalinidad tipo I de la celulosa en el material pulverizado era del 36,6%.

[Tabla 1]
Tabla 1

	Recipiente de pulverización			Medio cilíndrico						Medio de pulverización				Razón de volumen de espacio *1	Diámetro interno de medio cilíndrico / diámetro externo de medio de pulverización		Propiedades físicas de material pulverizado	
	Diámetro interno	Amplitud de vibración	Frecuencia de vibración	Diámetro externo	Diámetro interno	Material de construcción	Longitud en la dirección axial	Número de división (dirección axial)	Forma	Diámetro externo (diámetro)	Longitud en la dirección axial	Número	%		Diámetro de partícula promedio	Índice de cristalinidad	Diámetro de partícula promedio	%
Materia prima que va a pulverizarse	mm	mm	Hz	mm	mm	-	mm	Número	-	mm	mm	Número	%	µm	%			
Ejemplo 1	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Tipo varilla	30	210	6	56,2	62,4	2,0			
Ejemplo 2	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Tipo varilla	10	210	55	57,3	70,9	20,7			
Ejemplo 3	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Esférica	30	-	52	46,4	79,0	12,1			
Ejemplo 4	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	1	Tipo varilla	30	210	6	56,2	68,4	-1,9			
Ejemplo 5	142	8	20	126	98	Aluminio	210	10	Tipo varilla	30	210	7	65,6	63,6	-7,8			
Ejemplo 6	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Tipo varilla	30	210	6	56,2	24,0	-			
Ejemplo 7 *2	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Tipo varilla	20	210	3	41,2	63,4	11,3			
				82	54	Inoxidable	210	10										
Ejemplo 8	284	8	20	267	237	Inoxidable	510	10	Tipo varilla	30	510	30	48,1	63,5	26,0			
Ejemplo 9	284	8	16	267	237	Inoxidable	510	20	Tipo varilla	30	510	46	73,7	63,0	9,2			
Ejemplo comparativo 1	142	8	20			No usado			Tipo varilla	30	210	6	-	No medible *3	68,5			
Ejemplo comparativo 2	142	8	20			No usado			Tipo varilla	30	210	13	-	84,0	33,3			
Ejemplo comparativo 3	142	8	20			No usado			Tipo varilla	10	210	117	-	No medible	58,6			

rativo 3	142	8	20	No usado				Estérica	30	-	115	-	-	-	*3	
Ejemplo comparativo 4	Pasta de madera	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	No usado	-	-	-	64,2		
Ejemplo comparativo 5	Pasta de madera	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	No usado	-	-	-	93,7		
Ejemplo comparativo 6	Pasta de madera	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Tipo varilla	30	210	1	9,4	46,0	157,6
Ejemplo comparativo 7	Pasta de madera	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Tipo varilla	30	210	2	18,7	35,6	109,1
Ejemplo comparativo 8	Pasta de madera	142	8	20	126	98	Inoxidable	210	10	Tipo varilla	74	210	1*4	57,0	36,6	88,1

Notas *1 Razón de volumen de espacio = (Valor integrado de volúmenes de los medios de pulverización) / (volumen de espacio del interior del medio cilíndrico)

*2 En el estado incrustado se usan dos clases de medios cilíndricos que tienen diferentes diámetros externos y diámetros internos.

*3 La medición fue imposible porque el material pulverizado estaba en forma de virutas que tenían un diámetro de partícula demasiado grande.

*4 El medio de tipo varilla estaba dividido en 10 en la dirección del eje del mismo.

Aplicabilidad industrial

5 Según el molino vibratorio y el método para fabricar un material pulverizado usando el molino vibratorio de la presente invención, puede obtenerse de manera eficiente un material pulverizado que tiene un pequeño diámetro dentro del plazo de un periodo de tiempo corto, y, además, puede cambiarse una materia prima cristalina que va a pulverizarse para tener baja cristalinidad dentro del plazo de un periodo de tiempo corto, de modo que este método tiene una buena productividad y es útil como método de fabricación industrial. En el caso en el que la materia prima que va a pulverizarse es una materia prima de biomasa, la biomasa de baja cristalinidad obtenida que tiene un
10 pequeño diámetro es particularmente útil para un cosmético, un producto alimenticio, un material de biomasa y una materia prima industrial tal como un material de refuerzo de resina.

Explicación de números de referencia

- | | | |
|----|-----------|---|
| 15 | 1. | Recipiente de pulverización |
| | 2, 21, 22 | Medio cilíndrico |
| | 2a, 2b | Medio cilíndrico dividido en la dirección del eje del mismo |
| 20 | 3a | Medio de tipo varilla en columna |
| | 3b | Medio esférico |
| 25 | 3c | Medio de tipo varilla en columna dividido en la dirección del eje del mismo |

REIVINDICACIONES

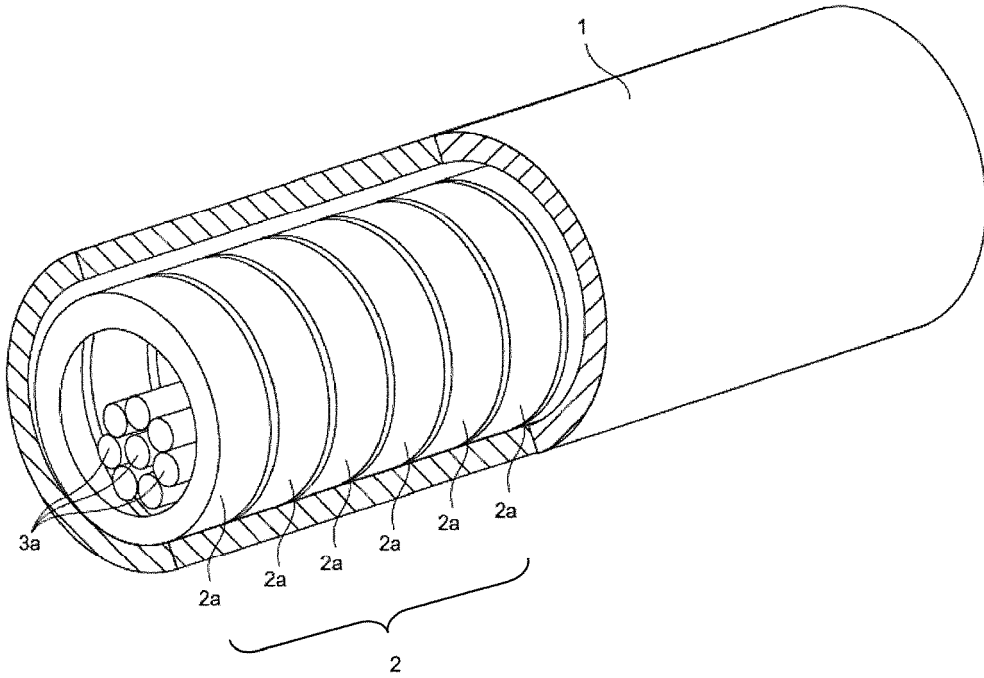
1. Método para fabricar un material pulverizado, en el que el método usa un molino vibratorio dotado de:
 - 5 un recipiente [1] que tiene en el mismo un espacio en columna estando un eje central del espacio en columna dispuesto para ser casi horizontal mientras que el recipiente [1] se sujeta para poder vibrar en una dirección dentro de un plano que es casi perpendicular a dicho eje central,
 - 10 un medio [2, 21, 22] cilíndrico dispuesto en el recipiente [1] para poder vibrar, y
 - una pluralidad de medios [3a, 3b] de pulverización dispuestos dentro del medio [2, 21, 22] cilíndrico para poder vibrar; en dicho molino vibratorio
 - 15 la razón de un diámetro interno del medio [2, 21, 22] cilíndrico en contacto con el medio [3a, 3b] de pulverización con respecto a un diámetro externo del medio [3a, 3b] de pulverización es de 2,1 o más, y
 - 20 el valor integrado de volúmenes de los medios [3a, 3b] de pulverización es de más del 25% con respecto a un volumen de espacio dentro del medio [2, 21, 22] cilíndrico en contacto con el medio [3a, 3b] de pulverización; y
 - 25 el método comprende una etapa de un procedimiento de tratamiento de pulverización de una materia prima que va a pulverizarse haciendo vibrar el recipiente [1] después de introducir dicha materia prima que va a pulverizarse en el recipiente [1] del molino vibratorio.
2. Método para fabricar un material pulverizado según la reivindicación 1, en el que el medio [3a, 3b] de pulverización es un medio [3a] de tipo varilla que tiene el diámetro externo en el intervalo de 3 a 60 mm.
3. Método para fabricar un material pulverizado según la reivindicación 2, en el que la razón de la longitud del medio [3a] de tipo varilla con respecto a la longitud del espacio en columna en la dirección del eje central del mismo dentro del recipiente [1] de pulverización está en el intervalo de 0,80 a 0,995.
4. Método para fabricar un material pulverizado según la reivindicación 1, en el que el medio [3a, 3b] de pulverización es un medio [3b] esférico que tiene el diámetro externo en el intervalo de 3 a 60 mm.
5. Método para fabricar un material pulverizado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la diferencia entre el diámetro interno del recipiente [1] y el diámetro externo del medio [2, 21, 22] cilíndrico en contacto con el interior del recipiente [1] está en el intervalo de 3 a 60 mm.
6. Método para fabricar un material pulverizado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la razón de la longitud del medio [2, 21, 22] cilíndrico en la dirección del eje central del mismo con respecto a la longitud del espacio en columna en la dirección del eje central del mismo dentro del recipiente [1] está en el intervalo de 0,80 a 0,995.
7. Método para fabricar un material pulverizado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el molino vibratorio tiene, como medio [2, 21, 22] cilíndrico, una pluralidad de los medios cilíndricos que tienen diámetros externos y diámetros internos diferentes, y dicha pluralidad de los medios cilíndricos están dispuestos en el estado incrustado en el recipiente.
8. Método para fabricar un material pulverizado según la reivindicación 7, en el que, en la pluralidad de los medios [2, 21, 22] cilíndricos dispuestos en el estado incrustado, la diferencia entre el diámetro interno del medio [2, 21, 22] cilíndrico dispuesto en el exterior y el diámetro externo del medio [2, 21, 22] cilíndrico en contacto con el interior del medio [2, 21, 22] cilíndrico anterior está en el intervalo de 3 a 60 mm.
9. Método para fabricar un material pulverizado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la materia prima que va a pulverizarse es una materia prima de biomasa.
10. Método para fabricar un material pulverizado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la materia prima que va a pulverizarse es una materia prima que contiene celulosa.
11. Método para fabricar un material pulverizado según la reivindicación 10, en el que, en la materia prima que contiene celulosa, el contenido de celulosa en el componente restante tras extraer agua a partir de dicha materia prima que contiene celulosa es del 20% o más en masa, y dicha materia prima que contiene celulosa es la materia prima que contiene celulosa cuyo índice de cristalinidad de celulosa tipo I mostrado mediante la siguiente ecuación de cálculo (1) es de más del 33%, con la condición de que, en la ecuación, $I_{22,6}$ muestra la intensidad de difracción en el plano reticular (plano 002) en el que el ángulo de difracción $2\theta=22,6^\circ$ del cristal de celulosa tipo I en la difracción de rayos X, e $I_{18,5}$ muestra la intensidad de difracción

de la porción amorfa en la que el ángulo de difracción $2\theta=18,5^\circ$.

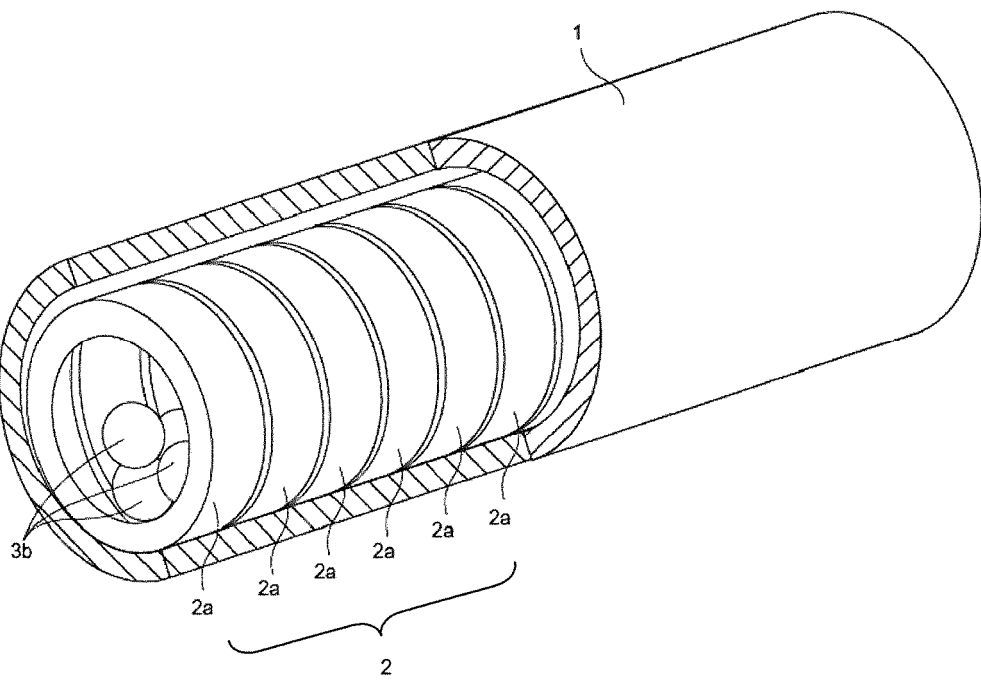
$$\text{Índice de cristalinidad de celulosa tipo I (\%)} = \frac{\{I_{22,6} - I_{18,5}\}}{I_{22,6}} \times 100 \quad (1)$$

- 5
12. Método para fabricar un material pulverizado según la reivindicación 10 u 11, en el que el material pulverizado obtenido mediante el tratamiento de pulverización de la materia prima que contiene celulosa es el material pulverizado cuyo índice de cristalinidad de celulosa tipo I mostrado mediante la ecuación de cálculo (1) es del 33% o menos.
- 10
13. Método para fabricar un material pulverizado según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, en el que el contenido de agua en la materia prima de biomasa está en el intervalo del 0,2 al 4,5% en masa.
- 15
14. Molino vibratorio, en el que dicho molino vibratorio está dotado de:
- un recipiente [1] que tiene en el mismo un espacio en columna estando un eje central del espacio en columna dispuesto para ser casi horizontal mientras que el recipiente se sujeta para poder vibrar en una dirección dentro de un plano que es casi perpendicular a dicho eje central, en el que
- 20 un medio [2, 21, 22] cilíndrico está dispuesto en el recipiente para poder vibrar, caracterizado porque una pluralidad de medios [3a, 3b] de pulverización están dispuestos dentro del medio [2, 21, 22] cilíndrico para poder vibrar; y en dicho molino vibratorio,
- 25 la razón de un diámetro interno del medio [2, 21, 22] cilíndrico en contacto con el medio [3a, 3b] de pulverización con respecto a un diámetro externo del medio [3a, 3b] de pulverización es de 2,1 o más, y
- el valor integrado de volúmenes de los medios de pulverización es de más del 25% con respecto a un volumen de espacio dentro del medio [2, 21, 22] cilíndrico en contacto con el medio de pulverización.
- 30

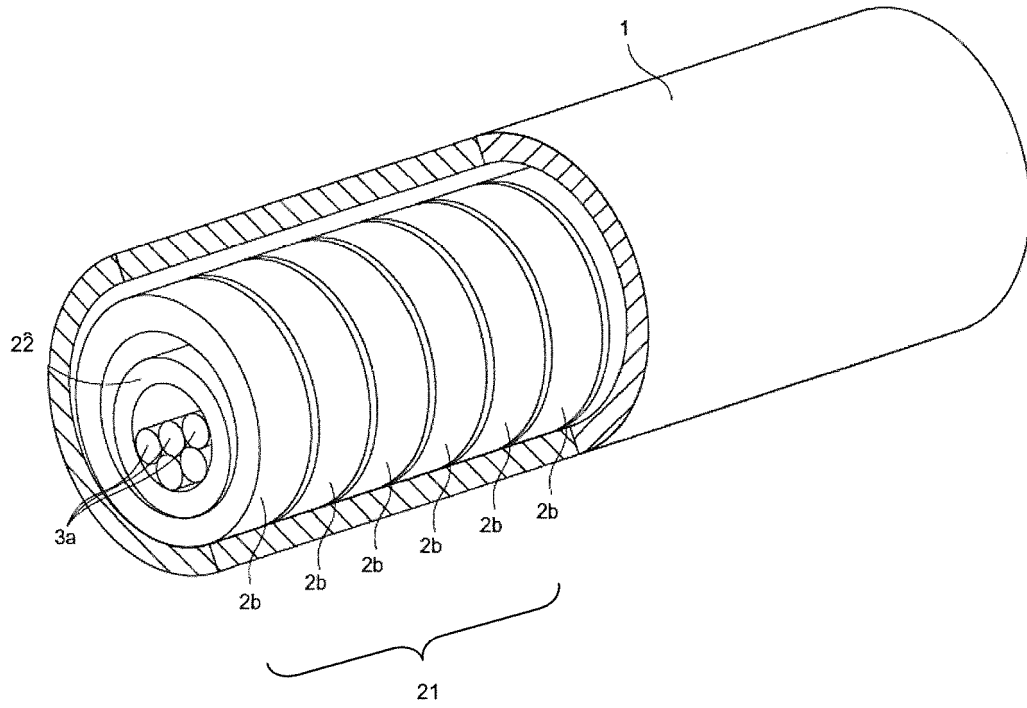
[Fig. 1]



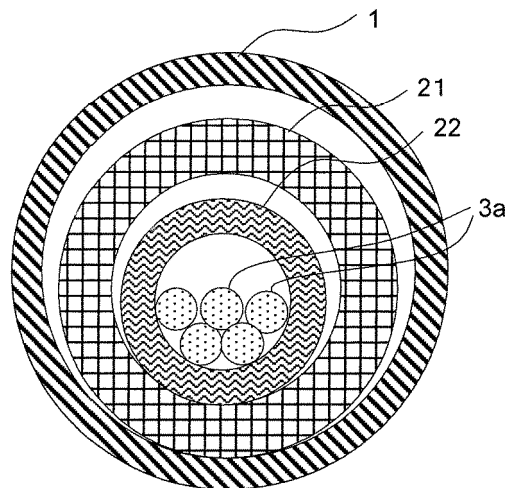
[Fig. 2]



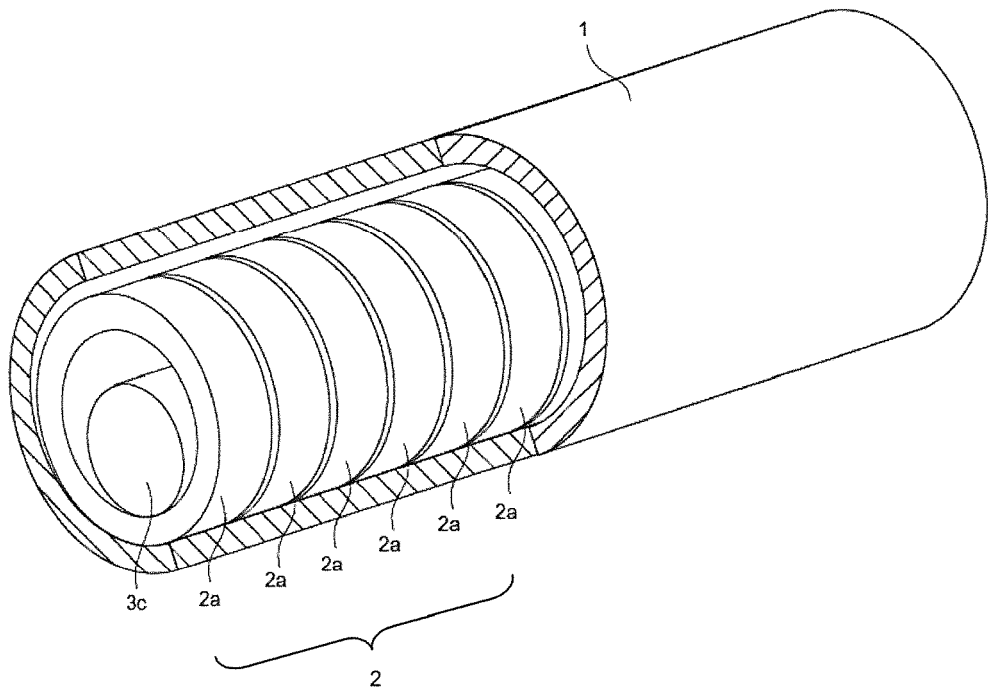
[Fig. 3]



[Fig. 4]



[Fig. 5]



[Fig. 6]

