

Mahlversuche mit der FRITSCH Planeten-Kugelmühle

Mineraldünger zu Nanopartikel mahlen

Einführung

- ▲ Die Nanotechnologie beschäftigt sich weitgehend mit nanoskaligen Partikeln zwischen 1-100 nm¹.
- ▲ Alternative Definition von Nanodünger: (Größere Partikelgröße), Dünger mit einer Partikelgröße kleiner als 500 nm und veränderten Eigenschaften².
- ▲ Nanopartikel können synthetisiert oder durch physikalische-, chemische-, biologische-Verfahren sowie Aerosoltechnik hergestellt werden. Die physikalische Synthesemethode beinhaltet den Sedimentationsprozess, Rotor Mühle, Hochenergie-Kugelmühle und Labormixer.
- ▲ Im Allgemeinen werden Phosphor-(P)-Nanopartikel durch die Reinigung von Rohphosphat und Vermahlung mit Hochenergie-Kugelmühlen oder Labormixern aufbereitet.
- ▲ Dieser Bericht beschreibt den experimentellen Versuch und die Ergebnisse der Vermahlung von Mineraldünger mit FRITSCH Planetenmühlen (Hochenergie-Kugelmühlen) *premium line*, zur Gewinnung von nanoskaligen Partikeln.

Methodik

Düngemittelproben: Es gibt zwei Arten von Mineraldünger, die im Mahlversuch mit einer FRITSCH Hochenergie-Kugelmühle im - German Center, Singapur, getestet wurden:

1. Rohphosphat (gemahlen)
2. Kieserit (Granulat)

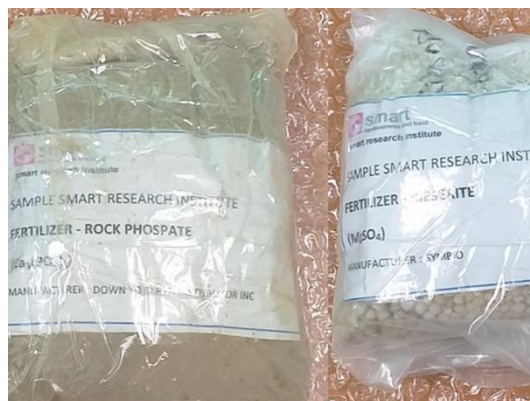


Abb. 1: Mineraldünger Proben die mit FRITSCH Mühlen getestet wurden.

Labormühlen und Partikelgrößenmessgeräte

Die für die Versuche verwendete Labormühle ist die FRITSCH Planeten-Mikromühle - PULVERISETTE 7 *premium line*, ausgestattet mit den folgenden Komponenten:

- ▲ Mahlbecher (2 x 80 ml)
- ▲ Mahlkugeln (25 x 10 mm)
- ▲ Mahlkugeln (5 x 20 mm)

Eine weiteres verwendetes Laborgerät ist das **Laser-Partikelmessgerät ANALYSETTE 22**, welches die Partikelgrößenverteilung im Bereich von 0,01 – 3800 µm messen kann.



Abb. 2: Planeten-Mikromühle PULVERISETTE 7 *premium line* und Zubehör



Abb. 3: Laser-Partikelmessgerät ANALYSETTE 22 und Schlagkreuzmühle PULVERISETTE 16

Experimentelle Versuche

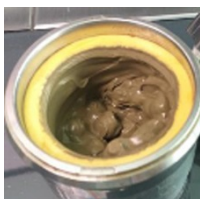
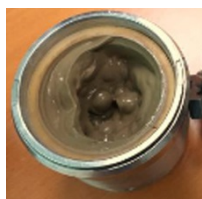
Im FRITSCH Büro im German Center Singapur, wurden Mahlversuche von Düngemittelproben mit Planetenmühlen durchgeführt. Herr Diels Ding, Experte für Probenaufbereitung sowie Business Manager für FRITSCH Asia Pasific - führte die Versuche durch. Er gab auch aufschlussreiche Einblicke zum Mahlen, Zerkleinern und Nanomaterialien gefolgt von einer angeregten Diskussion. Die Proben wurden nass sowie trocken gemahlen. Der Mahlprozess wird wie folgt beschrieben:

Tabelle 1: Mahlversuch von Düngerproben mit verschiedenen Parametern

Nr	Probe	Mahlprozess	Zeit (min)	Kennzahl	Andere Parameter
1.	Rohphosphat	trocken	3	RP-D-5	Mahlbecher: 80 ml
2.	Rohphosphat	nass (Leitungswasser)	3	RP-W-5	Probe: 25 g
3.	Rohphosphat	trocken	30	RP-D-30	Mahlkugeln: 25 x 10 mm
4.	Rohphosphat	Nass (Leitungswasser)	30	RP-W-30	Drehzahl: 850 U/min
5.	Kieserit	trocken	5	Kie-D-5	Mahlbecher: 80 ml
6.	Kieserit	nass (Leitungswasser)	5	Kie-W-5	Probe 25 g
					Mahlkugeln: 25 x 10 mm
7.	Kieserit	trocken	5	Kie-D-5 (B)*	Drehzahl: 700 U/min
					*größere MahlKugeln: 5 x 20 mm

Tabelle 2: Ergebnis des Mahlprozesses von Proben, Fotos und Partikelgrößenverteilung

Nr.	Versuchscode	Ausgabeprodukt (Bild)	Partikelgrößen Verteilung	Bemerkungen
0.	RP-roh (Original Probe)		—	Inhomogene Partikelgrößenverteilung (Mehrheit ± 500 – 1000 µm).

1.	RP-D-5		<table><tr><th>Q3 (%)</th><th>x (µm)</th><th>CV %</th></tr><tr><td>5</td><td>0,9</td><td>22</td></tr><tr><td>10</td><td>1,8</td><td>29</td></tr><tr><td>50</td><td>18,7</td><td>26</td></tr><tr><td>90</td><td>441,6</td><td>133</td></tr></table>	Q3 (%)	x (µm)	CV %	5	0,9	22	10	1,8	29	50	18,7	26	90	441,6	133	Alle gemahlene Proben stellen Partikel im Mikromaßstab dar. Die feinen Partikel bedecken die Kugel- und Mahlbecherflächen und indizieren etwas Feuchtigkeit, die in der Probe enthalten ist.
Q3 (%)	x (µm)	CV %																	
5	0,9	22																	
10	1,8	29																	
50	18,7	26																	
90	441,6	133																	
2.	RP-W-5		<table><tr><th>Q3 (%)</th><th>x (µm)</th><th>CV %</th></tr><tr><td>5</td><td>0,3</td><td>28</td></tr><tr><td>10</td><td>0,6</td><td>1.2</td></tr><tr><td>50</td><td>8,0</td><td>36</td></tr><tr><td>90</td><td>1115,6</td><td>4,6</td></tr></table>	Q3 (%)	x (µm)	CV %	5	0,3	28	10	0,6	1.2	50	8,0	36	90	1115,6	4,6	Die Nassmahlung mit Leitungswasser zeigt ein besseres Ergebnis. Bei etwa 5 % und 10 % des gemahlene Produkts sind durchschnittlich 300 nm bzw. 600 nm im Nanobereich.
Q3 (%)	x (µm)	CV %																	
5	0,3	28																	
10	0,6	1.2																	
50	8,0	36																	
90	1115,6	4,6																	
3.	RP-D-30		<table><tr><th>Q3 (%)</th><th>x (µm)</th><th>CV %</th></tr><tr><td>5</td><td>0,5</td><td>-</td></tr><tr><td>10</td><td>0,7</td><td>4,5</td></tr><tr><td>50</td><td>6,4</td><td>11,9</td></tr><tr><td>90</td><td>1139</td><td>0,9</td></tr></table>	Q3 (%)	x (µm)	CV %	5	0,5	-	10	0,7	4,5	50	6,4	11,9	90	1139	0,9	Längeres Mahlen führt zu einem besseren Ergebnis, d.h. feinere Partikel.
Q3 (%)	x (µm)	CV %																	
5	0,5	-																	
10	0,7	4,5																	
50	6,4	11,9																	
90	1139	0,9																	
4.	RP-W-30		<table><tr><th>Q3 (%)</th><th>x (µm)</th><th>CV %</th></tr><tr><td>5</td><td>0,4</td><td>14</td></tr><tr><td>10</td><td>0,5</td><td>3,3</td></tr><tr><td>50</td><td>1,8</td><td>8,6</td></tr><tr><td>90</td><td>986,4</td><td>5,2</td></tr></table>	Q3 (%)	x (µm)	CV %	5	0,4	14	10	0,5	3,3	50	1,8	8,6	90	986,4	5,2	Längeres Mahlen führt zu besseren Ergebnissen. Bei 10 % des gemahlene Produkts sind es 500 nm im Durchschnitt, und bei 50 % zeigten sich kleine Partikel im Mikromaßstab von 1800 nm.
Q3 (%)	x (µm)	CV %																	
5	0,4	14																	
10	0,5	3,3																	
50	1,8	8,6																	
90	986,4	5,2																	
5.	Kie-D-5		Die Partikelgröße des Ausgangsprodukts kann nicht analysiert werden.	Die Probe hat eine Korngröße, fast gleich mit den 10 mm Mahlkugeln. Die Probe kann nicht vollständig gemahlen werden, eine größere Mahlkugelgröße wird benötigt.															
6.	Kie-W-5		<table><tr><th>Q3 (%)</th><th>x (µm)</th><th>CV %</th></tr><tr><td>5</td><td>0,8</td><td>22</td></tr><tr><td>10</td><td>1,2</td><td>25</td></tr><tr><td>50</td><td>196</td><td>136</td></tr><tr><td>90</td><td>1218</td><td>5,9</td></tr></table>	Q3 (%)	x (µm)	CV %	5	0,8	22	10	1,2	25	50	196	136	90	1218	5,9	Nicht geeignet für die Nassmahlung mit Leitungswasser. Das Produkt zeigt eine Kristallform, die ein weiterer Bestandteil der Probe sein könnte.
Q3 (%)	x (µm)	CV %																	
5	0,8	22																	
10	1,2	25																	
50	196	136																	
90	1218	5,9																	
7.	Kie-D-5 (B)*		Nicht analysiert																

Fragen und Probleme:

1. Ist es möglich oder nicht, die Düngemittelproben zu mahlen und Nanopartikel kleiner als (<) 100 nm zu erreichen? Ja dies ist möglich, aber es ist eine Herausforderung bedingt durch folgende Sachverhalte:

- ▲ Benötigt werden mehrere Mahlungen mit verschiedenen Größen von Mahlkugeln (20 mm bis 0,1 mm), dies kann längere Zeit (mehrere Stunden) dauern.
- ▲ Unterschiedliche Partikelgrößenverteilungen entstehen: diese können nicht einheitlich in der gewünschten Nanogröße sein oder größere Partikelgrößen können noch in signifikantem Prozentsatz vorhanden sein.
- ▲ Produktrückgewinnung: Die nächste Herausforderung ist die Trennung der gemahlene Probe von den kleinen Mahlkugeln nach der Mahlung, (für große Mahlkugeln ist dies einfach, aber für sehr kleine Mahlkugeln* könnte es schwierig sein) * hoher Verbrauch von sehr kleinen Mahlkugeln
- ▲ Für die Mahlung in den Nano Bereich sollte nass gemahlen werden, daher muss das richtige Lösungsmittel verwandt werden. Wasser kann nicht für alle Arten von Düngemitteln benutzt werden und ein anderes Lösungsmittel wie z.B. Iso-Propanol oder ähnliches würde zusätzliche Kosten verursachen.

1. Welche Mahlkapazität wird gebraucht?

Die FRITSCH **Planetenmühle PULVERISETTE 5 premium line** hat zwei Mahlstationen mit Mahlbechern mit bis zu 500 ml Volumen (größte Kapazität auf dem Markt). Jeder Mahlbecher kann zu 1/3 des Volumens (± 170 g Probe) gefüllt werden. Wenn wir also zwei Mahlbecher verwenden, liegt die optimale Kapazität bei etwa $170 \times 2 = 340$ g pro Mahlvorgang.



Abb. 4: Planetenmühle PULVERISETTE 5 premium line

2. Was sind die Zwecke und Ziele?

Berücksichtigung des Wertes / Nutzens dieser Forschung und die hohen Investitionskosten.

3. Wie gehen wir mit dem Nanodüngemittel um und wie wird dieser auf Felder aufgebracht?

Wenn der Mahlprozess erfolgreich ist und die gewünschte Düngemittelprobe in Nanogröße vorliegt, besteht die nächste Herausforderung darin, dass Produkt auf Feldern richtig und sicher für Mensch und Umwelt anzuwenden.

Nanotechnologie und Nanomaterial

Nur gutsituierte Unternehmen wenden diese Technologie jedoch an, da die Investitionskosten, die in den Bereichen IT, Energie, Malerei etc. mit hoher Qualität und Präzision in der Forschung verbunden sind sehr hoch sind.

Weitere Bilder:



Abb. 6: Probe Kieserite Dünger und Mahl­kugeln 10 mm



Abb. 7: Mahl­kugeln 0,1 mm und 10 mm



Abb. 8: German Center, Singapur



Abb. 9: Lobby im German Center



Abb. 10: Diels Ding im FRITSCH Labor



Abb. 11: FRITSCH Labor im German Center

Quellen und weiterführende Literatur:

^[1] Tarafdar, J. C. Nanoparticle Production , Characterization and its Application to Horticultural Crops. 222–229 (2015).

^[2] PRITISH PRIYADARSHI SWAIN. Presentation Seminar: Use of Nano Fertilizer in Agricultur

Autor: Diels Ding , Business Manager for Asia-Pacific, FRITSCH Asia-Pacific Pte. Ltd.

E-Mail: info@fritsch.de