

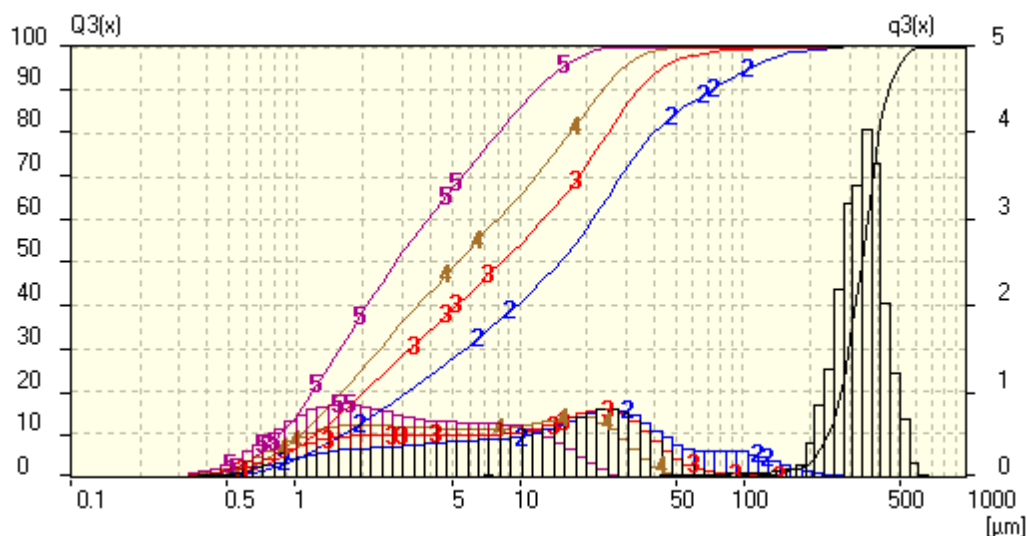
Vom „Felsbrocken“ zum Nano-Teilchen

Mittelharte bis harte Materialien mit Kantenlängen bis 95 mm lassen sich mit dem FRITSCH-Backenbrecher PULVERISETTE 1 so vorzerkleinern, dass in vielen FRITSCH-Mühlen eine weitere Feinzerkleinerung stattfinden kann.

Dafür wären zu nennen:

- Mörsermühle PULVERISETTE 2
- Scheibemühle PULVERISETTE 13 *classic line*
- Vibrations-Mikromühle PULVERISETTE 0
- Scheiben-Schwingmühle PULVERISETTE 9
- Mini-Mühle PULVERISETTE 23
- Planeten-Kugelmühlen PULVERISETTE 4, PULVERISETTE 5, PULVERISETTE 6 und PULVERISETTE 7

Mit all diesen Geräten ist mehr oder minder schnell Material auf „Analysenfeinheit“, sprich unter 63 µm zu zerkleinern. Um deutlich feinere Materialien als Ausgangsstufe zur Erzeugung von Nano-Pulvern zu erhalten, scheiden die beiden erstgenannten Geräte aus. Die Herstellung von Partikeln unter 1 µm mit Mühlen aus unserem Sortiment ist bisher nur mit Planeten-Kugelmühlen gelungen. Deshalb wurde mit der Planeten-Monomühle PULVERISETTE 6 *classic line* Quarzsand als Modell-Substanz solange gemahlen, wie dies ohne Zusatz von Flüssigkeit sinnvoll erscheint. Wenn das Material an der Becherwandung und den Kugeln klebt wird allgemein vom Endpunkt der „Trockenmahlung“ gesprochen. Für die Versuchsserie wurde ein 250 ml Mahlbecher aus Zirkonoxid und 20 mm Mahlkugeln gleichen Materials eingesetzt.



- 1 4 Quarzsand Ausgangsprodukt für die Versuche zur Erzeugung von Nano-Partikeln
- 2 2 Quarzsand 5 min PULVERISETTE 6, Trockenmahlung, 250 ml ZrO₂-Becher, 20 mm Kugeln, Mittelwert
- 3 3 Quarzsand 10 min PULVERISETTE 6, Trockenmahlung, 250 ml ZrO₂-Becher, 20 mm Kugeln, Mittelwert
- 4 31 Quarzsand 15 min PULVERISETTE 6, Trockenmahlung, 250 ml ZrO₂-Becher, 20 mm Kugeln, Mittelwert
- 5 43 Quarzsand 30 min PULVERISETTE 6, Trockenmahlung, 250 ml ZrO₂-Becher, 20 mm Kugeln, Mittelwert

Bereits nach 10 Minuten (**Kurve 3**) ist das Material fein genug für normale analytische Aufgaben; die so genannten „Analysenfeinheit“ ist erreicht.

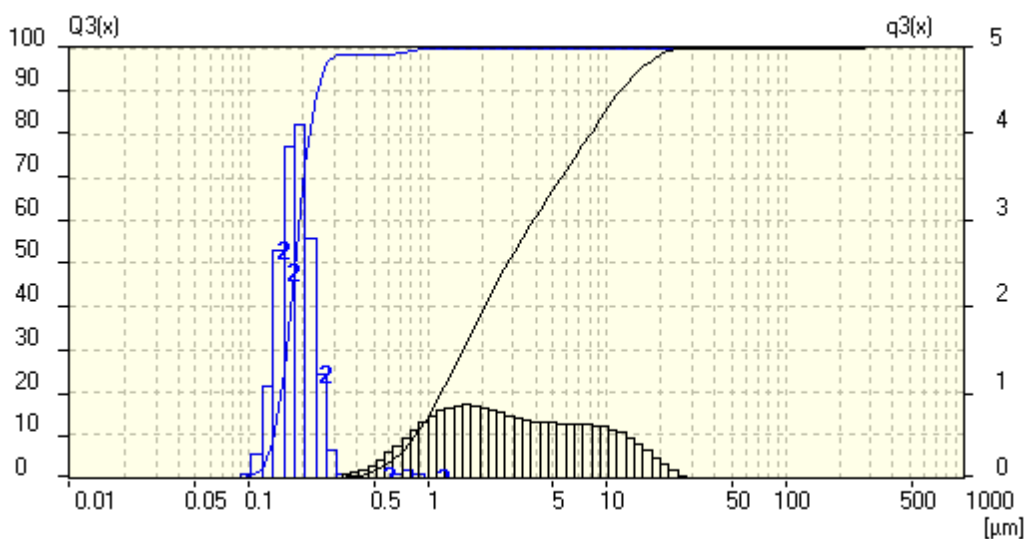
Mit $x_{10} < 0,8 \mu\text{m}$ - $x_{50} < 2,8 \mu\text{m}$ - $x_{90} < 11,9 \mu\text{m}$ steht nach 30 Minuten (**Kurve 5**) ein Material zur Verfügung, das für weitere Versuche zur Erzeugung von Nano-Pulvern die geeignete Korngröße hat.

Bei Versuchen mit der Planeten-Mikromühle PULVERISETTE 7 classic line wurde festgestellt, dass die Verlängerung der Mahldauer über 60 Minuten hinweg bis zu 240 Minuten kaum noch eine weitere Steigerung der Feinheit des Mahlgutes bringt. Durch Tausch der für diesen Versuch verwendeten Mahlkugeln von 10 mm Durchmesser gegen ca. 1 mm große Kugeln wurde nach kurzer Zeit eine deutliche Steigerung der Mahlfeinheit erreicht.

Diese Erfahrungen waren Grundlage für die Weiterführung des Versuches. Genutzt wurde wieder die Planeten-Monomühle PULVERISETTE 6 classic line und ein 250 ml Becher aus Zirkonoxid.

Anstatt der Kugeln mit 20 mm Durchmesser, wurden jetzt Mahlperlen aus Zirkonoxid deutlich unter 1 mm Durchmesser eingesetzt. Zur Ermittlung der notwendigen Menge wurden die 20 mm Kugeln gewogen und von den Mahlperlen eine äquivalente Menge eingesetzt. 50 g Modell-Substanz aus dem ersten Versuch und 100 ml Wasser wurden verwendet.

Nach 120 Minuten Bearbeitungszeit wurde mit dem **Laser-Partikelmessgerät ANALYSETTE 22** die Korngrößenverteilung (**Kurve 2**) bestimmt.



- 1 43 Quarzsand 30 min PULVERISETTE 6, Trockenmahlung, 250 ml ZrO_2 -Becher, 20 mm Kugeln, Mittelwert
- 2 221 Quarzsand 120 min PULVERISETTE 6, Naßmahlung, 2. Schritt, 250 ml ZrO_2 -Becher, 320 g Kugeln 0,4 mm Zirkonoxid
- 3. Versuchsserie Mittelwert

Mit $x_{10} < 140 \text{ nm}$ - $x_{50} < 180 \text{ nm}$ - $x_{90} < 240 \text{ nm}$ wurde ein sehr überzeugendes Ergebnis erzielt. Damit konnte gezeigt werden, dass mit Planeten-Kugelmühlen der Firma FRITSCH GmbH problemlos Nano-Partikel erzeugt werden können.

Eine Zwischenprobe nach 30 Minuten zeigte mit $x_{10} < 180 \text{ nm}$ - $x_{50} < 250 \text{ nm}$ und $x_{90} < 580 \text{ nm}$ dass in 1 Stunde aus einem „Felsbrocken“ mit FRITSCH-Technik Nano-Partikel herstellbar sind.

Entscheidende Einflussfaktoren zur Erzeugung von Nano-Partikeln sind:

- die Materialeigenschaften des Mahlguts
- die Materialeigenschaften der Mahlwerkzeuge
- die Kugelgröße
- der maximal mögliche Energieeintrag durch die Mühle
- das Verhältnis Menge Mahlgut zu Menge Mahlkugeln und zu Menge Flüssigkeit

Die patentierte Planeten-Kugelmühle PULVERISETTE 6 *classic line* zeichnet sich neben einem hervorragenden Preis-Leistungs-Verhältnis durch das optimale Drehzahlverhältnis Sonnenscheibe zu Mahlgarnitur aus, das mit den daraus resultierenden Trajektorien durch das radiale Auftreffen der Kugeln auf die Becherwandung den Eintrag der maximal möglichen Schlagenergie garantiert.

Autor: Dipl.-Chem. Wieland Hopfe, Fritsch GmbH

E-Mail: hopfe@fritsch.de