



Erzeugen von Nano-Pulvern mit der FRITSCH Planeten Mikromühle PULVERISETTE 7 *premium line*

FRITSCH GmbH hat erfolgreich die Planetenkugelmühle PULVERISETTE 7 *premium line* in den Markt eingeführt. Mit diesem Mahlkonzept trägt FRITSCH dem Wunsch der Kunden Rechnung kleine Probenmengen bis in den Nano-Bereich mahlen zu können (1 nm = 10⁻⁹ m).

So ist z.B. die Pharmazeutische Industrie an der Herstellung neuer Medikamente mit Wirkstoffen im Nano Maßstab interessiert. Wirkstoffe im Nano-Bereich werden vom menschlichen Körper sehr viel schneller als konventionelle Präparate aufgenommen, d.h. die bessere Bioverfügbarkeit ermöglicht es, die Dosierung von Medikamenten deutlich zu senken. Trotz geringerer Wirkstoffmenge erzielt man die gleichen therapeutischen Effekte, verringert aber gleichzeitig unerwünschte Nebenwirkungen. In der chemischen Industrie wünscht man sich ebenfalls Nanopartikel, da deren enorm vergrößerte spezifische Oberfläche völlig neue katalytische Eigenschaften zeigen.

Prinzip der Planetenkugelmühle

Bei einer Planetenkugelmühle wird die Probe in einen Becher zusammen mit Mahlkugeln aufgegeben. Die Mahlbecher sind auf der sogenannten Sonnenscheibe befestigt und drehen sich gegenläufig um den Mittelpunkt dieser Scheibe. Durch Schlag-, Stoß- und Reibwirkung der Kugeln wird die Probe effektiv zerkleinert. Die maximal mögliche Drehzahl für konventionelle Planetenmühlen ist limitiert und beträgt etwa 800 U/min. Der entscheidende Unterschied der *premium line* zu einer herkömmlichen Mühle ist die Verspannung der Mahlbecher. Statt sie auf der Sonnenscheibe zu befestigen, werden die Becher hier in der Scheibe versenkt (SelfLOCK-Technik). Dies ermöglicht nun eine Maximaldrehzahl in der *premium line* von 1100 U/min. und damit die Erhöhung der kinetischen Energie der Mahlkörper um 150 %. Die Mahldauer in den Nanomaßstab verkürzt sich drastisch, bzw. macht die Mahlung von Nanopartikeln für bestimmte Materialien überhaupt erst möglich.

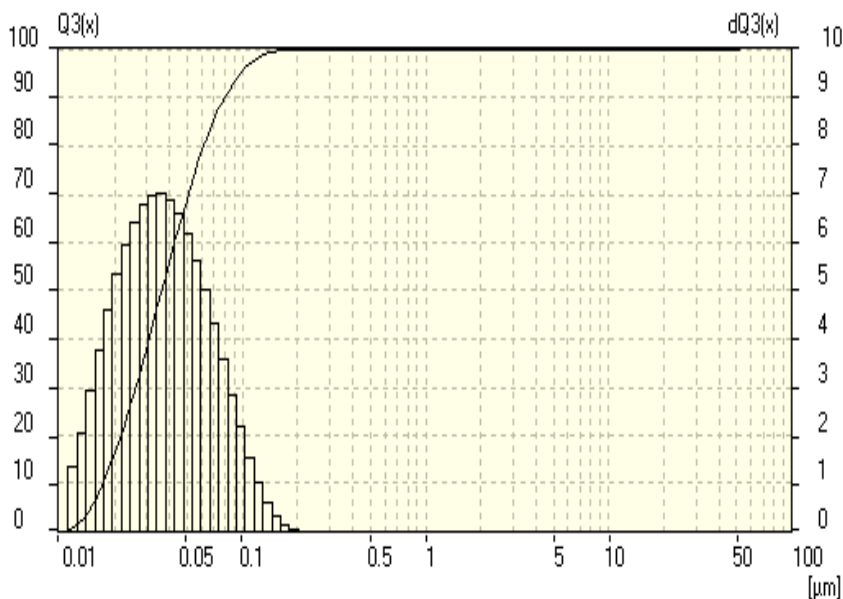


Abb. 1: FRITSCH Planeten-Mikromühle PULVERISETTE 7 *premium line*

Nanomahlung von Aluminiumoxid

Als Testsystem präsentieren wir hier die Vermahlung von Aluminiumoxid (Al₂O₃). Der d₅₀-Wert des Ausgangsmaterials beträgt 20 µm. 5 ml Al₂O₃ werden unter Zugabe von Wasser mit 0,5 mm Zirkonoxid Kugeln in 60 min. auf etwa 300 nm vermahlen. Um in den Bereich < 100 nm zu gelangen ist es notwendig noch kleinere Mahlperlen einzusetzen. Wir verwenden Zirkonoxid-Perlen mit einem Durchmesser von 0,1 mm. Nach weiteren 180 min. erreichen wir folgendes Ergebnis:

d value [%]	Korngröße [nm]
d ₁₀	17
d ₅₀	32
d ₉₀	80



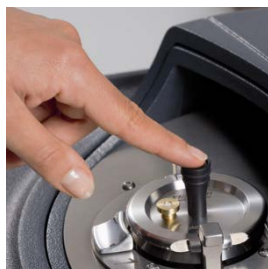
Die dargestellte Korngrößenverteilung wurde mit dem FRITSCH **Partikelmessgerät ANALYSETTE 22** unter Berücksichtigung der entsprechenden Mie-Parameter gemessen. Bei einer Vermahlung in einer Kugelmühle lässt sich ein gewisser Abrieb an den Mahlkörpern nicht vermeiden. Dieser auftretende Abrieb wurde in oben gezeigter Messung vom Original abgezogen.

Vergleichbare Ergebnisse lassen sich auch mit anderen, hartspröden Metalloxiden erreichen. Dabei erfolgt die Vermahlung immer in einer Suspension. Eine Trockenvermahlung ist nicht möglich. Nanopartikel besitzen eine sehr große spezifische Oberfläche. Deshalb ist die Suspension am Ende der Mahlung nicht stabil, d.h. die Partikel reagglomerieren sehr schnell. Zur Stabilisierung müssen spezielle Additive eingesetzt werden. Entsprechende Versuche werden derzeit in unserem Applikationslabor durchgeführt.

Weitere Vorteile

Das Versenken der Mahlbecher durch die neue SelfLOCK-Technik erhöht auch die Prozess-Sicherheit beim Mahlen. Mit nur noch zwei Handgriffen werden die Becher in der Mühle verspannt. Fehlbedienung ausgeschlossen!

Ein in den Becherdeckel integrierter RFID-Chip erkennt zudem die verwendeten Mahlbecher automatisch. Die Drehzahl wird optimiert und unzulässige Mahleinstellungen werden verhindert. Natürlich ist auch eine Unwuchtkontrolle integriert, die bei falscher Beladung das Anfahren der Mühle unterbindet.



START



ruck



zuck



FERTIG!



Die komplett neu entwickelten Spezialbecher erlauben ein sicheres Verschließen. Durch ein im Deckel eingebautes Ventil kann ein eventuell während der Mahlung auftretender Überdruck kontrolliert abgelassen werden. Beste Voraussetzungen also um exakte und reproduzierbare Mahlungen in den NanoBereich durchzuführen.

Für den Routinebetrieb verfügt die *premium line* natürlich über die Möglichkeit verschiedene Mahlprogramme zu generieren und zu speichern. Als Parameter lassen sich Drehzahl, Mahldauer, Pausenzeiten und Revers-Modus variieren. So erzeugte SOP's (Standard Operating Procedure) können mit einem Passwort geschützt werden. Die *premium line* verfügt über eine USB-Schnittstelle zur Integration in die IT-Struktur im Labor. Selbstverständlich kann mit einer speziellen Software sämtliche Parameter der Mahlung erfasst und gespeichert werden. Eine Validierung des Mahlprozesses wird somit ermöglicht.

Für jede Anwendung das passende Zubehör

Für die neue FRITSCH PULVERISETTE 7 *premium line* sind Mahlbecher der Größe 20 ml, 45 ml und 80 ml verfügbar. Natürlich stehen für die unterschiedlichsten Applikationen eine ganze Reihe verschiedener Bechermaterialien zur Verfügung. Von Achat bis Zirkonoxid, von Stahl bis Wolframkarbid, für jede Anwendung findet sich das richtige Material.

Des Weiteren kann aus einer ganzen Reihe verschiedenster Kugelgrößen gewählt werden. Hier ist insbesondere zu beachten, dass um zu immer kleineren Partikelgrößen zu kommen, auch immer kleiner Mahlkugeln erforderlich sind. FRITSCH **PULVERISETTE 7 *premium line*** - der neue Standard zur Erzeugung von Nanopulvern im Labormaßstab.



Abb.: 2: Mahlbecher und Mahlkugeln für Planeten-Mikromühle PULVERISETTE 7 *premium line*

Autor: Dipl. Phys. Wolfgang Simon, Fritsch GmbH,
E-Mail: info@fritsch.de