

Die Kleinen ganz Groß

Diskontinuierlich und kontinuierlich arbeitende Labornassmahlsysteme

Dipl. Ing. Georg Scherer, Abt. Verfahrenstechnik, NETZSCH-Feinmahltechnik GmbH, Selb

Im Bereich der Nassaufbereitungstechnik sind Labormaschinen mit den Funktionen Mischen, Dispergieren und Kneten, Nassmahlen sowie Entlüften nicht mehr wegzudenken. Ihr Einsatz erstreckt sich über die Entwicklung neuer Produkte oder der Verarbeitung von Kleinstmengen eines High-tech-Produktes bis hin zur Qualitätskontrolle bzw. -sicherung und Prozessoptimierung. Dabei werden eine einfache Handhabung und ein hoher Grad an Flexibilität gefordert. Zusätzlich muss ein geringer Reinigungsaufwand und somit ein geringer Produktverlust bei exakter Reproduzierbarkeit gewährleistet werden.

In der chemischen Industrie findet die Nassaufbereitungstechnik verstärkt ihre Anwendung. So werden bei der Herstellung von Farben und Lacken, Pigmenten und Farbstoffen, für pharmazeutische und kosmetische Produkte, Mineralien und Keramiken und in vielen weiteren Applikationen, sowohl Nassmahlaggregate als auch Misch- und Dispergier- und Knetmaschinen verschiedenster Baugrößen eingesetzt. Für die Aufbereitung von Erzen fertigt die NETZSCH-Feinmahltechnik GmbH Rührwerkskugelmöhlen mit einem Mahlraumvolumen von 10000 Liter, bei Suspensionsdurchsätzen von 100 – 200 t/h. Zudem sind Mischer mit einem Nutzvolumen von mehreren 1000 Litern heutzutage Stand der Technik und in vielen Produktionsstätten anzutreffen. Bevor jedoch die großtechnische Produktion umgesetzt werden kann und derartige Großmaschinen zum Einsatz kommen, sind häufig zuerst verschiedene Entwicklungsstufen zu durchlaufen, in denen Labormaschinen eine wichtige Rolle einnehmen.

Am Anfang steht die Produktidee die eine Rezeptentwicklung zur Folge hat. Hierbei kommen verschiedenste Flüssig- und Feststoffkomponenten in veränderten Mischungsverhältnissen zum Einsatz die unterschiedlichste physikalische und chemische Eigenschaften aufweisen können und somit höchste Anforderungen an die Werkstoffauswahl der produktberührten Maschinenbauteile stellen. Durch die kompakte Bauweise von Labormaschinen und den daraus resultierenden, geringen geometrischen Abmessungen sind den einsetzbaren Werkstoffen nahezu keine Grenzen gestellt. So gehören zur eisenfreien Verarbeitung sowohl Polymere wie Polyethylen und Polyurethan als auch verschleißbeständige High-tech-Keramiken wie Aluminiumoxid, Zirkonoxid sowie Siliziumnitrid und Siliziumcarbid zu den verfügbaren Materialien. Hartguss, Edelstahl- und hochverschleißfeste Stähle komplettieren die möglichen Werkstoffausführungen.

Nassmahlen

Diskontinuierliche Nassmahlsysteme

Werden einfache Dispergieraufgaben gestellt, oder soll grundsätzlich ein Produkt auf sein Mahlverhalten hin untersucht werden, stellt sich die periodisch arbeitende Labor-Batchmühle PE 075 als das geeignete Mahlsystem dar, das sich insbesondere durch einfachste Handhabung auszeichnet. Das Volumen des kühlbaren Mahlbehälters beträgt 0,75 l, der mit ca. 0,25 l Mahlkörper und einem Produktansatz von 0,15 – 0,3 l befüllt wird. Für diese Maschine stehen leicht austauschbare Rührwerkzeuge, wie das altbewährte Exzenterscheibenrührwerk, das System molINEx und dem Attritorsystem, zur Verfügung. Die Mahlkörper werden durch die rotierenden Rührwerkzeuge kinetisch aktiviert und zerkleinern die eingefangenen Partikel mittels Scher- und Druckkräfte. Sowohl die Rührwerkzeuge als auch der Mahlbehälter können in unterschiedlichen Werkstoffen, wie Zirkonoxid, Aluminiumoxid, Cr-Ni-Stahl oder Hartmetall ausgeführt werden. Die Drehzahlverstellung erfolgt stufenlos über einen Regel-Getriebemotor.



Die Labor-Korbmühle *LABTOPMILL*TM erlaubt die Nassfeinstvermahlung bis in den Bereich $< 5 \mu\text{m}$ und ermöglicht den Scale-up auf die Produktionsmaschinen vom Typ TopMill. Mit dieser Maschine, deren größter Vorteil in der einfachen und sauberen Handhabung liegt, können Ansätze von 1 – 12 Liter verarbeitet werden. Das Verfahren erfordert weder Pumpe noch Rohrleitungen. Die Produkte können annähernd verlustfrei verarbeitet werden und eine Produktumstellung kann innerhalb von wenigen Minuten erfolgen. Diese Labor-Korbmühle ist ein einzigartiges Mahlsystem mit einem drehenden und mit Mahlkörpern gefüllten Mahlkorb, der in einen mit Produkt befüllten Behälter eintaucht. Die Bewegung des Produktes wird durch die radiale Beschleunigung des drehenden Korbes erzeugt. Über die obere und untere, geschlitzte Stirnfläche wird das Produkt in die Mahlzone gesaugt und radial über das Umfangsspaltrohr nach außen ausgetragen. Die Bewegung der Mahlkörper wird durch die Drehung des Mahlkorbes hervorgerufen, ein Stator im Inneren des Korbes bremst die Mahlkörper ab und erzeugt dadurch die für eine Zerkleinerung notwendige Differenzgeschwindigkeit. Durch die intensive Produktumwälzung entsteht eine nahezu ideale Kreisfahrweise wobei das Produkt bei mehrmaligem Durchlauf durch den Korb feinstvermahlen wird. Der Mahlkorb ist durch eine Zahnscheibe austauschbar, womit die Vor-dispergierung der Produkte erfolgen kann. Die Haupteinsatzgebiete dieser Labor-Korbmühle *LABTOPMILL*TM reichen von Lacken und Druckfarben bis in den Bereich der Kosmetik und Biotechnologie.



Kontinuierliche Nassmahlsysteme

Speziell für Grundsatzversuche für den F&E-Bereich entwickelt, erzielt die universell einsetzbare Labor-Zirkulationsmühle *MINIZETA* bei einfacher Bedienung hervorragende, bestens reproduzierbare Ergebnisse und Feinheiten bis in den Nano-Bereich. Der schwenkbare Mahlbehälter der *MINIZETA* erlaubt sowohl ein einfaches Befüllen und Entleeren der Mahlkörper, als auch eine extrem leichte Reinigung. Mit der Maschine, die mit einem integrierten Kreislaufbehälter ausgestattet ist, können kleinste Produktansätze von ca. 0,25 bis 0,5 l mit Kleinstmahlkörpern ab 0,5 mm Durchmesser verarbeitet werden. Die Mahlkörper werden durch einen Trennschlitz von 0,2 – 0,3 mm in der Mühle zurückgehalten. Der Trennschlitz wird aus einem statischen Spaltring am Gehäuse und einem dynamischen Spaltring an der Rührwelle gebildet. Die Abdichtung der Rührwelle zwischen der Produkt- und Atmosphärenseite wird mit einer Lippendichtung gewährleistet. Der konstruktive Aufbau der *MINIZETA* erlaubt einen Zirkulationsbetrieb ohne Produktpumpe, da der Mühlenrotor ähnlich einer Pumpe arbeitet. Das Produkt wird aus dem Kreislaufbehälter angesaugt und durch die Mahlkammer gefördert. Die Rührwelle wird elektrisch oder, für den Einsatz im explosionsgefährdeten Bereich, pneumatisch angetrieben, wobei die Drehzahl stufenlos einstellbar ist. Durch den äußerst geringen Installationsaufwand bekommt der Slogan „plug and grind“ eine vollkommen neue Bedeutung.



Werden für geringste Produktansätze bestens reproduzierbare Mahlergebnisse und Feinheiten bis in den Nanometerbereich gefordert und dabei gleichzeitig der Mahlvorgang unter metallfreien Bedingungen erfolgen, bieten sich die beiden neuentwickelten Labor-Rührwerkskugelmöhlen *MINICER* und *MINIPUR* als die gesuchte Lösung an. Die *MINICER*, mit einer Mahlraumauskleidung aus Zirkonoxid, ist für die Verarbeitung von lösungsmittelhaltigen Produkten konzipiert. Im Gegensatz hierzu findet die *MINIPUR* in Polyurethan-Ausführung, ihren Einsatz in der Aufbereitung von wasserbasierenden Produkten. Beide Mahlsysteme sind für die Vermahlung von Kleinstmengen im Bereich von 0,25 bis 0,5 l ausgelegt. Die Produkte werden kontinuierlich zwischen einem integrierten Kreislaufbehälter, der im Falle der *MINIPUR* kühlbar ausgeführt ist, und der Labormühle im Zirkulationsbetrieb verarbeitet. Beide Labormöhlen sind mit einer doppelt wirkenden Gleitringdichtung und einer regelbaren Schlauchpumpe ausgestattet. Ein schwenkbarer Mahlbehälter vereinfacht auch hier das Befüllen und Entleeren der Mahlkörper und ermöglicht zusätzlich eine einfach durchzuführende Reinigung. Sowohl die *MINICER* als auch die *MINIPUR* sind mit einem Stabrührwerk ausgestattet. Jedoch arbeiten sie im Gegensatz zur *MINIZETA* mit dem hocheffektiven Rotor-Spaltrohr-Zentrifugaltrennsystem. Dies ermöglicht den Einsatz von Kleinstmahlkörpern im Durchmesserbereich von 0,3 bis 2 mm. Damit lassen sich bei einfachster Bedienung bestens reproduzierbare Mahlergebnisse und Feinheiten bis in den Nanometerbereich erzielen. Der in der Keramikausführung kühlbare Mahlbehälter erlaubt zusätzlich eine diskontinuierliche Betriebsweise, wobei der Produktzulauf und -ablauf mit Blindstopfen verschlossen werden und der mit Mahlkörpern und Produkt befüllte Mahlraum in die gewünschte Arbeitsposition gebracht werden kann. Mögliche Anwendungen für die *MINICER* und die *MINIPUR* liegen in den Bereichen der metallfreien Vermahlung von Produkten aus den Bereichen Life Science, Keramik, Ink-Jet, organische und anorganische Pigmente, Elektrokeramik oder High-Tech Produkte wie Colorfilter und Poliermittel für elektronische Bauteile (CMP-Slurries).



Der *LABSTAR* ist die universell einsetzbare Labormühle, die präzises Arbeiten besonders bei schwierigsten Forschungs- und Entwicklungsaufgaben in Industrie und Wissenschaft ermöglicht. Ob diese Labormühle zur Produktneuentwicklung, Qualitätssicherung oder Prozessoptimierung eingesetzt wird spielt dabei keine Rolle, da er stets durch einfachste Handhabung und durch seine äußerste Flexibilität bezüglich der einsetzbaren Mahlraumwerkstoffe der beiden zur Verfügung stehende Mahlsysteme besticht. Der IP oder Ex ausgeführte *LABSTAR* verfügt über einen elektrischen Antrieb mit 3 kW Leistung der über einen Frequenzumrichter stufenlos regelbar ist. Das vorhandene Mahlraumvolumen beträgt je nach Mahlsystem zwischen 0,6 – 0,75 l und es können Produktansatzgrößen von 1,5 – 5 l verarbeitet werden. Die Labormühle kann mit den bekannten Mahlsystemen, *TriNEX*[®], dem Scheibenmahlsystem mit Vorklassiertrennsystem, und *ZETA*[™], dem Stabmahlsystem mit Rotor-Spaltrohr-Zentrifugaltrennsystem, betrieben und je nach Anwendung in Stahl-, keramischen Werkstoffen wie Aluminiumoxid, Zirkonoxid sowie Siliziumnitrid und Siliziumcarbid oder aus Polyurethan ausgeführt werden. Durch diese Vielseitigkeit lässt der Alleskönner *LABSTAR* in bezug auf Anwendungsmöglichkeiten und der Betriebsweise der Maschine, z. B. Zirkulations-Passagen- oder Mehrpassagenfahrweise, keine Wünsche offen. Bei Verwendung von Kleinstmahlkörpern bis 0,1 mm sind Produktfeinheiten $x_{50} < 100$ nm erreichbar. Die erzielten Mahlergebnisse sind dabei exakt auf Produktionsmaschinen übertragbar. Weitere Vorteile sind die einfache Auswertung und Dokumentation der Versuchsdaten mit der speziell entwickelten Software *LabDat*[®] und die Schwenkbarkeit des Mahlraumes, der einen bequemen Produktwechsel und die schnelle Reinigung der Maschine ermöglicht.



Sollen pharmazeutische Produkte dispergiert bzw. nassvermahlen werden, sind höchste Ansprüche bezüglich der Werkstoffauswahl und den Oberflächenbeschaffenheiten sowie an die Prozessüberwachung und –steuerung gestellt. Der Pharma-LABSTAR wird diesen komplexen Anforderungen vollständig gerecht. Die Maschine ist als ein tottraumfreies und sterilisierbares Komplettmodul in GMP-gerechtem Design, in Edelstahl AISI 304 gefertigt. Die produktberührten Teile sind in AISI 316 L mit R_a 0,5µm ausgeführt. Natürlich können beim Pharma-LABSTAR, wie bei der Standardmaschinenausführung, zwei unterschiedliche Mahlsysteme zum Einsatz kommen. Während dem Mahlprozess werden alle verfahrenstechnisch relevanten Daten erfasst und auf einem integrierten Farbdisplay dargestellt. Die komplexe Überwachung und Steuerung der unterschiedlichen Prozessschritte, wie z. B. der Sterilisationsvorgang oder der Mahlprozess, garantieren höchste Reproduzierbarkeit und Betriebssicherheit.



Mischen und Dispergieren

Der Labor-Dissolver ShearMaster ist ein Schnellmischaggregat zum intensiven und zeitsparenden Mischen und Dispergieren kleiner Produktmengen von 1 - 10 l. Er verfügt über einen elektrischen Antrieb von 1,1 kW Leistung und die Drehzahlen der austauschbaren Mischwerkzeuge sind mittels Frequenzumrichter im Bereich von 500 – 6000 min^{-1} oder alternativ 100 – 1200 min^{-1} stufenlos verstellbar. Der Produktansatzbehälter ist durch eine Schnellspannvorrichtung schnell austauschbar. Um eine bestmögliche Trombenbildung zu gewährleisten, kann die Dissolverscheibe stufenlos, über Linearmotor in der IP-Ausführung oder über einen Pneumatikzylinder in der Ex-Ausführung, in die richtige Position gehoben oder gesenkt werden. Zur Überwachung und Kontrolle des Dispergierbetriebs werden die Leistungsaufnahme und die Drehzahl digital Vorort angezeigt. Für die Verarbeitung von pharmazeutischen Produkten ist eine Maschinenausführung aus Edelstahl erhältlich.



Mischen, Kneten und Entlüften

Immer dann, wenn zähflüssige oder pastöse Produkte im Bereich mittlerer bis hoher Viskositäten mit herkömmlichen Rühr- und Dispergieraggregaten nur noch äußerst ineffektiv oder überhaupt nicht mehr verarbeitet werden können, zeigen sich deutlich die enormen Vorteile der vakuumdicht und Ex-geschützt ausgeführten Labor-Planetenmischer PMH 1 / PML 1. Der Erfolg der Planetenmischer, mit einer Antriebsleistung je nach Ausführung von 0,37 kW bis 0,55 kW, ist dem besonderen Mischprinzip zu verdanken. Vergleichbar mit dem Bewegungsablauf der Planeten um die Sonne führen die Mischorgane zusätzlich zur Eigenrotation, im Falle der PMH-Ausführung schnelllaufend und in der PML-Ausführung langsamlaufend, eine umlaufende Bewegung aus. Mittels einer Schnellspannvorrichtung können unterschiedliche Mischwerkzeuge, z. B. Kreuzbalkenwerkzeuge, Dissolverscheiben oder Butterflywerkzeuge, zeitsparend und einfach ausgewechselt werden. Als Ansatzbehälter können konventionelle Weißblechdosen mit 1 l Volumen eingesetzt werden, die entweder gekühlt oder beheizt werden können. Durch den Planetenantrieb durchlaufen die Mischwerkzeuge das gesamte Mischgut und bewirken eine homogene Durchmischung bei hoher Knetintensivität. Luftpneinschlüsse, die im Produkt vorliegen, können durch die hervorragende Produktumwälzung gepaart mit dem anliegenden Vakuum einfach und zuverlässig entfernt wer-



den. Durch diese Eigenschaften lassen sich mit den Labor-Planetenmischern auch feinstpulverige und sehr leichte Komponenten schnell in Flüssigkeiten einmischen.

Homogenisieren, Feinverreiben und Entlüften

Sollen pastöse und fließfähige Massen der unterschiedlichsten Anwendungsbereiche, intensiv feinverrieben, homogenisiert und/oder entlüftet werden, bieten sich die Labor-Dreiwälzwerke, das System Exakt, als die geeignetsten Maschinenlösungen an. Das Anwendungsspektrum der Labor-Dreiwälzwerke umfasst dabei die Produkte der kosmetischen und pharmazeutischen Industrie, sowie die Lebensmittelindustrie, hier als Beispiel genannt Schokolade, Nougat und Marzipan und den Produkten der Druckfarbenindustrie. Der Aufbau und das Handling der Labor-Dreiwälzwerke sind einfach gehalten. Die drei parallel liegenden Walzen können in verschiedenen Werkstoffen, wie Zirkonoxid, Aluminiumoxid oder hartverchromten Stahl und zusätzlich optional temperierbar ausgeführt sein. Die Walzenabstände sind mit nur einem Handrad pro Walzenspalt stufenlos einstellbar. Die möglichen Durchsatzleistungen der drei lieferbaren Typen mit unterschiedlichen Walzenlängen und –durchmessern reichen je nach Anwendung zwischen von 0,02 bis 45 l/h.

