

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 136 128 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

26.09.2001 Patentblatt 2001/39

(51) Int Cl.7: **B02C 17/00**, B02C 17/16

(21) Anmeldenummer: **01103899.9**

(22) Anmeldetag: **17.02.2001**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(71) Anmelder: **Siemens Axiva GmbH & Co. KG**
65926 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder: **Müller, Hubert, DI.**
65929 Frankfurt (DE)

(30) Priorität: **10.03.2000 DE 10011348**

(54) **Verfahren zum Mahlen von Kunststoffen**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Mahlen von Kunststoffen in Kugelmøhlen dadurch gekennzeichnet, daß man die Mahlung in einer Zentrifugalrühr-

werkskugelmøhle durchföhrt, in der man die Mahlkugeln und die Kunststoffe in einer rotierenden Trommel einem Zentrifugalkraftfeld aussetzt.

EP 1 136 128 A2

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Mahlen von Kunststoffen in Kugelmühlen.

[0002] Bei der Zerkleinerung (Mahlung) von Feststoffen, u. a. Kunststoffen in Kugelmühlen, wird durch mechanische Beanspruchung von Partikeln eine so hohe Spannung im Gefüge des Körpers aufgebaut, daß es zur Reißbildung und schließlich zum Bruch des Partikels kommt.

Die Vermahlung von Kunststoffen im Bereich unter ca. 100 µm ist technisch schwierig, da die Teilchen elastisch sind und sich durch die aufgebrachte Beanspruchung häufig nur verformen, aber nicht brechen. Häufig kommt Kälte zum Einsatz, um die Partikeln vor oder während der Vermahlung zu verspröden und die Mahlbarkeit zu verbessern. Bei einigen Kunststoffen ist auch durch dieses Verfahren eine Zerkleinerung bei hohen Feinheiten nicht mehr möglich.

[0003] Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, die Vermahlung von Kunststoffen im Bereich unter ca. 100 µm weiter zu verbessern oder zu ermöglichen.

[0004] Zur Zerkleinerung biologischer Zellen wie z. B. Hefezellen oder Bakterienkulturen ist eine spezielle Mühle entwickelt worden, die sogenannte ZentrifugalRührwerkskugelmühle, kurz ZRKM [Richard Würtz: Entwicklung einer neuartigen Zentrifugalrührwerkskugelmühle zum Aufschluß von Mikroorganismen, Dissertation Universität Stuttgart 1997]. Diese Mühle (siehe Figur) arbeitet wie eine Rührwerkskugelmühle, die Mahlkugeln 1 befinden sich jedoch durch die Rotation der Trommel 2 (Drehzahl n_1) in einem Fliehkraftfeld. Das zu mahlende Produkt wird zusammen mit einer geeigneten Flüssigkeit 3, z. B. Wasser, ebenfalls zu den Mahlkugeln gegeben. Ein Rührer 4 rührt nun mit der Drehzahl $n_2 \neq n_1$ in der Schüttung aus Mahlkugeln, Produkt und Flüssigkeit. Aufgrund des Zentrifugalfeldes sind die Scherkräfte beim Aneinandergleiten der Mahlkugeln erheblich höher als bei einer einfachen Kugelschüttung im Schwerkraftfeld.

[0005] Hefezellen sind aufgrund ihrer äußerst robusten Zellwand mit den bisher bekannten Mühlen nicht zerkleinerbar. Geraten nun Hefezellen zwischen die Mahlkugeln der ZRKM, ist die Beanspruchung hoch genug, um die Zellwand aufzureißen.

[0006] Es wurde nun völlig überraschend gefunden, daß sich die genannte Aufgabe dadurch lösen läßt, daß man die Mahlung in einer Zentrifugalrührwerkskugelmühle durchführt, in der man die Mahlkugeln und die Kunststoffe in einer rotierenden Trommel einem Zentrifugalkraftfeld aussetzt.

[0007] Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zum Mahlen von Kunststoffen in Kugelmühlen dadurch gekennzeichnet, daß man die Mahlung in einer Zentrifugalrührwerkskugelmühle durchführt, in der man die Mahlkugeln und die Kunststoffe in einer rotierenden Trommel einem Zentrifugalkraftfeld aussetzt.

[0008] Gegenstand der Erfindung ist daher auch die Verwendung von Zentrifugalkugelmühlen zur Mahlung von Kunststoffen. Gegenstand der Erfindung sind weiter die erhältlichen und/oder erhaltenen Kunststoffpulver.

[0009] Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich vorzugsweise für alle Arten von Kunststoffen wie synthetische Kunststoffe, abgewandelte Naturstoffen, Polymere, Polykondensate, Polyaddukte, Duroplaste, Thermoplaste wie sie im Taschenbuch "Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften" / Hans Domininghaus, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1986, das hiermit durch Bezugnahme in die Anmeldung integriert ist, angegeben sind. Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch mit Vorteil unter Kältebedingungen, z. B. durch Zugabe von flüssigem Stickstoff oder Trockeneis oder sonstigen Kühlmedien in an sich bekannter Weise bei Temperaturen kleiner als 25 °C bis hin zu -190 °C durchgeführt werden. Der Druck bei Betrieb kann Über- oder Unterdruck sein, vorzugsweise Umgebungsdruck, die Fahrweise batch oder kontinuierlich, vorzugsweise batch, die Mahlung trocken oder naß, vorzugsweise naß, der Mahlkugeldurchmesser z. B. 20-3000 µm betragen, die Mahlkugeln z. B. aus Glas, Zirkonoxid, Zirkon, Siliciumcarbid, Quarz, Metall oder Keramik sein. Die Trommel kann stehend oder liegend angeordnet sein, der Rührer der Trommel vorseilen mit $n_2 > n_1$ oder nachlaufen mit $n_2 < n_1$.

[0010] Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt die Herstellung von Kunststoffpulvern mit einer massenmittleren Korngröße $d_{50,3}$ von kleiner gleich 30, bevorzugt kleiner 24, besonders bevorzugt kleiner gleich 20 und ganz besonders bevorzugt kleiner gleich 10 µm.

[0011] Im folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen und Versuchen weiter erläutert. Eine Beschränkung in irgend einer Weise ist dadurch nicht beabsichtigt.

[0012] Mit einer eingangs genannten ZRKM wurde die Mahlung von Kunststoffen untersucht. Kunststoffe aus der Gruppe der Thermoplaste und Duroplaste wie z. B. Polyamid (PA), Polybenzimidazol (PBI), Polyethylen (PE), Polyetherimid (PEI), Polymethylmethacrylat (PMMA) oder Polypropylen (PP), z. B. GUR® (ultrahochmolekulares PE der Fa. Ticona GmbH, D-60528 Frankfurt) erwiesen sich bei Versuchen auf konventionellen Mühlen, darunter z. B. Strahlmühlen und Rührwerkskugelmühlen, als nicht bzw. nur sehr schlecht mahlbar, d. h. die Feinheit nach der Mahlung unterschied sich kaum von der vor der Mahlung, sofern ein Pulver mit einer massenmittleren Korngröße $d_{50,3}$ von unter ca. 50-100 µm vorgelegt wurde. Überraschenderweise wurde mit der ZRKM eine deutliche Mahlwirkung erzielt, d. h. das gemahlene Produkt war wesentlich feiner als das ungemahlene. Einige der Kunststoffe konnten in Bereiche der Feinheit gebracht werden, die soweit bekannt mit konventionellen Mühlen zuvor nicht erzielt wurde.

[0013] Bei der Mahlung der in der nachstehenden Tabelle angegebenen Kunststoffe betrug der Mahlraumdurchmesser in der ZRKM ca. 200 mm, die Drehzahl der Trommel 1500 U/min, die Drehzahl des Rührers 1900 U/min und der

EP 1 136 128 A2

Durchmesser der Mahlkugeln 500-750 μm , die Mahltemperatur-betrug 30-60 °C. Die Mahlkugeln waren aus Zirkonoxid, die Produktmenge betrug 30 g, die Flüssigkeitsmenge 120 g, die Versuche wurden im Batch-Betrieb durchgeführt, die Versuchsdauer war 5 bis 10 min.

[0014] Folgende Ergebnisse wurden erhalten:

Produkt	$d_{50,3}$ vor Mahlung	$d_{50,3}$ nach Mahlung	Mahlparameter
PMMA	40 μm	24 μm	$n_1 = 1500, n_2 = 1900,$
PEI	54 μm	10 μm	$n_1 = 1500, n_2 = 1950,$

Patentansprüche

1. Verfahren zum Mahlen von Kunststoffen in Kugelmöhlen **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Mahlung in einer Zentrifugalrührwerkskugelmühle durchführt, in der man die Mahlkugeln und die Kunststoffe in einer rotierenden Trommel einem Zentrifugalkraftfeld aussetzt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei in der Trommel ein Rührer rotierbar angeordnet ist, der der rotierenden Trommel nachläuft oder vorausseilt.
3. Verwendung von Zentrifugalrührwerkskugelmöhlen zur Mahlung von Kunststoffen.
4. Kunststoffe, erhältlich nach einem Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2.
5. Kunststoffe, erhalten nach einem Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2.
6. Kunststoffpulver mit einer massenmittleren Korngröße $d_{50,3}$ von kleiner gleich 30 μm .

