



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
02.05.2003 Patentblatt 2003/18

(51) Int Cl.7: **B01F 7/16, B01F 7/22**

(21) Anmeldenummer: **02023626.1**

(22) Anmeldetag: **18.10.2002**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
IE IT LI LU MC NL PT SE SK TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(72) Erfinder:
• **Kaz, Till**
70186 Stuttgart (DE)
• **Helmbold, Axel, Dr.**
69469 Weinheim (DE)

(30) Priorität: **26.10.2001 DE 10154123**

(74) Vertreter: **Hoeger, Stellrecht & Partner**
Uhlandstrasse 14 c
70182 Stuttgart (DE)

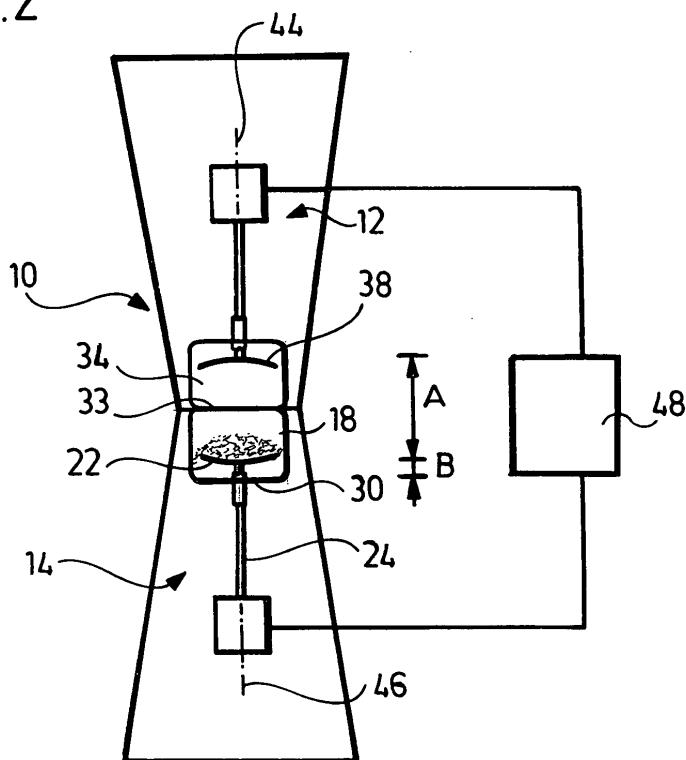
(71) Anmelder: **Deutsches Zentrum für Luft- und
Raumfahrt e.V.**
51147 Köln (DE)

(54) **Homogenisierungsvorrichtung für ein Pulvermaterial und Verfahren zur Homogenisierung eines Pulvermaterials**

(57) Um eine Homogenisierungsvorrichtung für ein Pulvermaterial bereitzustellen, mittels welcher sich ein hoher Homogenisierungsgrad auch bei feinkörnigen Pulvermaterialien erreichen läßt, ist eine mit dem Pulvermaterial befüllbare Homogenisierungskammer vor-

gesehen, in welcher ein erster Rotor drehbar angeordnet ist und beabstandet zu diesem ein zweiter Rotor drehbar angeordnet ist, wobei die beiden Rotoren gegenläufig rotieren, um gegenläufige Strömungen zu erzeugen, über die das Pulvermaterial zerreibbar ist.

FIG.2



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Homogenisierungsvorrichtung für ein Pulvermaterial.

[0002] Ferner betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Homogenisierung eines Pulvermaterials.

[0003] Bei vielen Anwendungen, bei denen ein Pulvermaterial zum Einsatz kommt, beispielsweise bei der Herstellung von elektrochemischen Funktionsschichten oder bei der Oberflächenbeschichtung, ist es wichtig, daß das Pulvermaterial weitgehend homogenisiert ist und insbesondere keine zu großen Pulverpartikel-Kogglomerate vorliegen. Insbesondere muß Pulvermaterial, bei dem es sich um eine Mischung aus verschiedenen Komponenten handelt, dann homogen vermischt sein.

[0004] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Homogenisierungsvorrichtung und ein Verfahren zur Homogenisierung eines Pulvermaterials bereitzustellen, mittels welcher bzw. mittels welchem sich ein hoher Homogenisierungsgrad auch bei feinkörnigen Pulvermaterialien erreichen läßt.

[0005] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einer Homogenisierungsvorrichtung für ein Pulvermaterial mit einer mit dem Pulvermaterial befüllbaren Homogenisierungskammer gelöst, in welcher ein erster Rotor drehbar angeordnet ist und beabstandet zu diesem ein zweiter Rotor drehbar angeordnet ist, wobei die beiden Rotoren gegenläufig rotieren, um gegenläufige Strömungen zu erzeugen, über die das Pulvermaterial zerreibbar ist.

[0006] Die beiden Rotoren erzeugen gegenläufige Strömungen und insbesondere Luftströmungen, so daß das Pulvermaterial zwischen den beiden Rotoren in der Schwebe gehalten ist. Die Luftströmungen wiederum bewirken Pulverpartikelströmungen in dem Pulverfluid. Dadurch zerreiben sich Pulverpartikelkagglomerate in dem Pulvermaterial aufgrund innerer Reibung, so daß eine Homogenisierung erreicht wird.

[0007] Pulvermischungen für elektrochemische Funktionsschichten enthalten oftmals als Bindemittel organische Substanzen wie PTFE (Polytetrafluorethylen). Ein solches Bindemittel bildet Fäden aus, durch die zum einen die Bindungswirkung zwischen Pulverpartikeln und insbesondere Pulverpartikelkagglomeraten gesichert ist und zum anderen die hergestellte Schicht hydrophobe Eigenschaften aufweist. Eine Zerstörung dieser Fäden durch mechanische Einwirkung verschlechtert demgemäß die elektrochemischen Eigenschaften einer entsprechenden Funktionsschicht. Die Homogenisierung wird erfindungsgemäß ohne solche schädliche mechanische Einwirkung erreicht.

[0008] Im Gegensatz zu einem mechanischen Mahlen über ein Messer wird der Zerkleinerungseffekt von Pulverpartikelkagglomeraten also durch innere Reibung in dem Pulvermaterial verursacht. Da die Pulverpartikel aufgrund ihrer Schwebehaltung zwangsläufig strömen, wird ein hoher Homogenisierungsgrad er-

reicht. Darüber hinaus ist auch keine direkte mechanische Einwirkung der Rotoren auf das Pulvermaterial erforderlich, so daß auch feinkörnige Pulvermaterialien homogenisierbar sind.

[0009] Insbesondere sind dabei der erste Rotor und der zweite Rotor mit im wesentlichen gleicher Drehgeschwindigkeit gegenläufig rotierbar, um so zum einen das Pulvermaterial in der Schwebe zwischen den beiden Rotoren zu halten und zum anderen Kraftgradienten in der Gesamtströmung zu vermeiden, welche eine nichtradiale Vorzugsrichtung aufweisen.

[0010] Ganz besonders vorteilhaft ist es, wenn eine Synchronisierungsvorrichtung zur Synchronisierung eines Antriebs für den ersten Rotor und eines Antriebs für den zweiten Rotor vorgesehen ist, um die Einstellung gleicher Drehgeschwindigkeiten der beiden Rotoren sicherzustellen. Bei der Synchronisierungsvorrichtung kann es sich dabei um eine elektronische Schaltung handeln, welche beispielsweise zwei Elektromotoren miteinander synchronisiert. Es kann sich auch um eine mechanische Vorrichtung handeln, welche beispielsweise die beiden Rotoren über ein Getriebe miteinander synchronisiert, wenn nur ein einziger Antrieb vorgesehen ist.

[0011] Um insbesondere Toträume in der Homogenisierungskammer zu minimieren, in denen sich Partikelkagglomerate ansammeln könnten, welche das Homogenisierungsergebnis verschlechtern, fallen vorteilhafterweise eine Drehachse für den ersten Rotor und eine Drehachse für den zweiten Rotor im wesentlichen zusammen. Dadurch lassen sich in der Homogenisierungskammer bezüglich dieser gemeinsamen Drehachse Strömungsverhältnisse mit hohem Symmetriegrad ausbilden.

[0012] Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, wenn ein Abstand eines Rotors zu einer Begrenzungswand der Homogenisierungskammer kleiner ist als ein Fünftel des Abstandes zwischen dem ersten Rotor und dem zweiten Rotor. Insbesondere ist der Abstand eines Rotors zu einer Begrenzungswand, durch welche eine Welle zum Antrieb des Rotors durchtritt, kleiner als ein Fünftel des genannten Abstandes zwischen dem ersten Rotor und dem zweiten Rotor, um so Toträume in der Homogenisierungskammer zu vermeiden. Weiterhin erstreckt sich ein Rotor vorteilhafterweise bis in die Nähe von seitlichen Begrenzungswänden der Homogenisierungskammer.

[0013] Ganz besonders vorteilhaft ist es, wenn durch die beiden Rotoren gegenläufige Luftströmungen in der Homogenisierungskammer erzeugbar sind. Durch diese gegenläufigen Luftströmungen wird das Pulvermaterial zwischen den beiden Rotoren in der Schwebe gehalten, wobei die gegenläufigen Luftströmungen wiederum gegenläufige Partikelströmungen in dem Pulverfluid antreiben. Diese Pulverfluidströmungen bewirken einen Kontakt zwischen Pulverpartikeln, wobei dann Pulverpartikelkagglomerate durch innere Reibung zerrieben werden und dadurch ein Homogenisierungseff-

fekt auftritt. Dieser Homogenisierungseffekt tritt dabei insbesondere auch in feinkörnigen Pulvermaterialien auf.

[0014] Günstigerweise ist ein Antrieb für einen Rotor so ausgebildet, daß Rotordrehzahlen von mindestens 8000 Umdrehungen pro Minute erreichbar sind. In der Praxis hat es sich als günstig erwiesen, wenn die Rotoren mit Drehgeschwindigkeiten zwischen 10000 und 20000 Umdrehungen pro Minute betrieben werden; um homogenisierte Pulvermaterialien zur Herstellung von elektrochemischen Funktionsschichten bereitzustellen.

[0015] Weiterhin ist es günstig, wenn ein Rotor ein oder mehrere Rotorblätter aufweist, welche mit einer Antihaftbeschichtung für Pulvermaterial versehen sind. Dadurch wird ein Ankleben von Pulvermaterial an einem Rotor verhindert.

[0016] Weiterhin ist es günstig, wenn der erste Rotor und der zweite Rotor an gegenüberliegenden Begrenzungswänden der Homogenisierungskammer gelagert sind. Dadurch läßt sich das Pulver zwischen den beiden Rotoren in der Schwebe halten, wobei der Anteil an Toträumen in der Homogenisierungskammer minimiert ist.

[0017] Konstruktiv ganz besonders vorteilhaft ist es, wenn eine erste Homogenisierungseinrichtung mit einer ersten Kammer und dem ersten Rotor und eine im wesentlichen gleich ausgebildete zweite Homogenisierungseinrichtung mit einer zweiten Kammer und dem zweiten Rotor vorgesehen sind, wobei die erste Homogenisierungseinrichtung und die zweite Homogenisierungseinrichtung so relativ zueinander positionierbar sind, daß die Homogenisierungskammer durch die erste Kammer und die zweite Kammer gebildet ist. Die erfindungsgemäße Homogenisierungsvorrichtung läßt sich dann durch die beiden gleich ausgebildeten Homogenisierungseinrichtungen bilden, indem diese entsprechend aneinander positioniert werden. Der konstruktive und fertigungstechnische Aufwand zur Herstellung der Homogenisierungsvorrichtung mit den beiden gegenläufigen Rotoren ist dadurch gering gehalten.

[0018] Insbesondere ist die erste Homogenisierungseinrichtung auf der zweiten Homogenisierungseinrichtung positionierbar; wobei dann die Kammern so an der jeweiligen Homogenisierungseinrichtung angeordnet sind, daß sie durch eine Ausnehmung an einer entsprechenden Seite der jeweiligen Homogenisierungseinrichtung gebildet sind, d. h. zum Außenraum hin eine offene Seite aufweisen. Durch Gegenüberpositionierung der jeweiligen offenen Seiten ist dann die Homogenisierungskammer gebildet. Wenn die Homogenisierungseinrichtungen im wesentlichen gleich ausgebildet sind, dann sind bei Übereinanderpositionierung auch die beiden Rotoren automatisch gegenläufig.

[0019] Insbesondere sind dann die erste Homogenisierungseinrichtung und zweite Homogenisierungseinrichtung relativ zueinander fixierbar, um so die Homogenisierungskammer zu bilden.

[0020] Vorteilhafterweise wird vor einer Fixierung die

Homogenisierungskammer befüllt. Der konstruktive Aufwand zur Fertigung einer erfindungsgemäßen Homogenisierungsvorrichtung ist dadurch minimiert, da insbesondere keine Einfüllschleusen für Pulvermaterial in die Homogenisierungskammer vorgesehen werden müssen.

[0021] Die eingangs genannte Aufgabe wird ferner erfindungsgemäß bei einem Verfahren zur Homogenisierung eines Pulvermaterials gelöst, bei welchem durch einen ersten Rotor eine Luftströmung und durch einen zweiten Rotor eine gegenläufige Luftströmung erzeugt wird, wobei das Pulver in gegenläufigen Strömungen zerrieben wird.

[0022] Bei den gegenläufigen Strömungen handelt es sich dabei insbesondere um Pulverfluidströmungen, welche wiederum durch die Luftströmungen angetrieben sind.

[0023] Die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens wurden bereits im Zusammenhang mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung erläutert.

[0024] Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens wurden ebenfalls bereits im Zusammenhang mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung erläutert.

[0025] Insbesondere ist es vorteilhaft, wenn das Pulvermaterial über die beiden Luftströmungen in der Schwebe gehalten wird. Dadurch läßt sich ein intensiver Kontakt zwischen den Pulverpartikeln in den Partikelströmungen erreichen, wodurch die Homogenisierung aufgrund innerer Reibung in dem Pulvermaterial erreicht wird.

[0026] Insbesondere wird das Pulvermaterial höchstens so lange homogenisiert, daß keine Zersetzungsprozesse wie chemische Prozesse in ihm stattfinden.

[0027] Durch die erfindungsgemäße Vorrichtung bzw. mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens lassen sich homogenisierte Pulver als Beschichtungsmaterialien für eine elektrochemische Funktionsschicht herstellen. Diese Pulver sind dabei insbesondere Mischungen aus verschiedenen Komponenten. Es lassen sich damit elektrochemische Funktionsschichten mit hoher Reproduzierbarkeit herstellen, da aufgrund des hohen - reproduzierbaren - Homogenisierungsgrads des Pulvermaterials die statistischen Größenschwankungen im homogenisierten Pulvermaterial minimiert sind. Insbesondere lassen sich auch feinkörnige Pulvermischungen homogenisieren, die sich vorteilhaft als Ausgangsmaterialien für elektrochemische Funktionsschichten einsetzen lassen.

[0028] Insbesondere umfaßt das Pulvermaterial eine Mischung aus einem Katalysatormaterial wie Platin oder Platin-Ruthenium und einem Bindemittel wie PT-FE. Das Bindemittel sorgt für eine Bindung zwischen Pulvermaterialpartikeln und insbesondere Pulvermaterialkagglomeraten. Es kann auch für die beispielsweise hydrophoben Eigenschaften einer elektrochemischen Funktionsschicht sorgen, um insbesondere die Durchfeuchtung einer Elektrodenschicht zu verhindern.

[0029] Vorteilhafterweise ist dabei das Katalysatormaterial geträgert, beispielsweise auf Ruß oder Kohlenstoffpartikeln, um so insbesondere die Materialkosten zu minimieren.

[0030] Insbesondere umfaßt die Mischung ein elektronenleitendes Material, um die Elektronenleitung beispielsweise an Elektroden-schichten für eine Brennstoffzelle sicherzustellen. Insbesondere handelt es sich bei dem Trägermaterial für den Katalysator um einen Elektronenleiter.

[0031] Es kann auch vorgesehen sein, daß die Mischung ein protonenleitendes Material umfaßt, um die Protonenleitung zu einer protonenleitenden Membran sicherzustellen. Dadurch wird effektiv die Oberfläche einer entsprechenden Elektrode vergrößert.

[0032] Weiterhin kann es vorgesehen sein, daß die Mischung einen Porenbildner umfaßt, um auf diese Weise die effektive Reaktionsfläche einer hergestellten Schicht zu erhöhen.

[0033] Die nachfolgende Beschreibung einer bevorzugten Ausführungsform dient im Zusammenhang mit der Zeichnung der näheren Erläuterung der Erfindung. Es zeigen:

Figur 1 in schematischer Ansicht Ausführungsbeispiele zweier Homogenisierungseinrichtungen;

Figur 2 eine Homogenisierungsvorrichtung, welche durch Zusammensetzen der beiden Homogenisierungseinrichtungen gemäß Figur 1 gebildet ist;

Figur 3 ein rasterelektronenmikroskopisches Bild eines mit einer erfindungsgemäßen Homogenisierungsvorrichtung homogenisierten Pulvermaterials (geträgertes Katalysatormaterial mit PTFE-Zusatz als Bindemittel), wobei der Bildausschnitt ca. 6 µm groß ist und

Figur 4 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Pulvermaterials, welches der Aufnahme gemäß Figur 3 zugrundeliegt, jedoch mit größerer Auflösung (mit ca. 2,5-fach größerer Auflösung).

[0034] Ein Ausführungsbeispiel einer erfindungsgemäßen Homogenisierungsvorrichtung, welche in Figur 2 als Ganzes mit 10 bezeichnet ist, umfaßt eine erste Homogenisierungseinrichtung 12 und eine zweite Homogenisierungseinrichtung 14; wobei diese beiden Homogenisierungseinrichtungen im wesentlichen gleich ausgebildet sind (Figur 1), so daß im folgenden nur die zweite Homogenisierungseinrichtung 14 beschrieben wird.

[0035] Diese umfaßt ein Gehäuse 16, in dem eine Kammer 18 gebildet ist, welche zu einer Stirnfläche des Gehäuses 16 hin offen ist. Diese Kammer 18 ist mit ei-

nem zu homogenisierenden Pulvermaterial 20 befüllbar. Bevorzugterweise ist diese Kammer 18 rotations-symmetrisch um eine Gehäuseachse ausgebildet.

[0036] In der Kammer 18, welche der zweiten Homogenisierungseinrichtung 14 zugeordnet ist und deshalb hier auch als zweite Kammer 18 bezeichnet wird, ist ein Rotor 22 angeordnet, welcher über eine Welle 24 in der zweiten Kammer 18 rotieren kann, wobei ein Antrieb 26, welcher in dem Gehäuse 16 angeordnet ist, die Drehung der Welle 24 bewirkt. Bei dem Antrieb 26 handelt es sich insbesondere um einen Elektromotor.

[0037] Die zweite Kammer 18 weist seitliche Begrenzungswände 28 und eine untere Begrenzungswand 30 auf. Die Welle 24 durchtritt die untere Begrenzungswand 30 und ist insbesondere drehbar bezüglich dieser gelagert. Zur Abdichtung des Durchtritts der Welle 24 gegenüber der zweiten Kammer 18 ist am Durchtrittsbereich durch die untere Begrenzungswand 30 eine Dichtung 32 um die Welle 24 angeordnet, bei der es sich insbesondere um eine Doppellippendichtung handeln kann.

[0038] Der Rotor 22, welcher der zweiten Homogenisierungseinrichtung 14 zugeordnet ist (zweiter Rotor 22), ist beispielsweise zweiflügelig ausgebildet.

[0039] Der zweite Rotor 22 ist so in der zweiten Kammer 18 angeordnet, daß der Anteil an Toträumen in einer entsprechenden Homogenisierungskammer 33 (Figur 2) möglichst gering ist. Dazu erstreckt sich der Rotor 22 bis in die Nähe der seitlichen Begrenzungswände 28 und auch der Abstand des Rotors 22 zu der unteren Begrenzungswand 30 ist minimiert, worauf unten noch näher eingegangen wird.

[0040] Entsprechend ist die erste Homogenisierungseinrichtung 12 ausgebildet mit einer ersten Kammer 34, einem ersten Antrieb 36 und einem ersten Rotor 38. Die erste Homogenisierungseinrichtung 12 weist dabei ein Gehäuse 40 auf.

[0041] Das Gehäuse 16 und entsprechend das Gehäuse 40 weist eine obere Stirnfläche 42 auf, welche im wesentlichen eben ist, so daß eine Auflagefläche gebildet ist, um die erste Homogenisierungseinrichtung 12 auf der zweiten Homogenisierungseinrichtung 14 zu positionieren und die Homogenisierungskammer 33 aus der zweiten Kammer 18 und der ersten Kammer 34 zu bilden. Die Stirnfläche 42 ist insbesondere eine Ringfläche. Diese Position der beiden Homogenisierungseinrichtungen 12 und 14 ist dabei fixierbar, um so die Homogenisierungsvorrichtung 10 zu bilden, wobei eine Dichtung zwischen den beiden Homogenisierungseinrichtungen 12, 14 vorgesehen sein kann, beispielsweise in der Form eines O-Rings.

[0042] Die beiden Homogenisierungseinrichtungen 12 und 14 sind dann so positioniert, daß eine Drehachse 44 für den ersten Rotor 38 und eine Drehachse 46 für den zweiten Rotor 22 im wesentlichen zusammenfallen. Bei entsprechender rotationssymmetrischer Ausbildung der Kammern 18 und 34 ist dann auch die Homogenisierungskammer 33 rotationssymmetrisch ausge-

bildet.

[0043] Ein Abstand A zwischen den beiden Rotoren 22 und 38 in der Homogenisierungskammer 33 ist insbesondere mindestens fünffach größer als ein Abstand B zwischen dem jeweiligen Rotor und seiner zugeordneten unteren Begrenzungswand (zweiter Rotor 22 und Begrenzungswand 30; bei der Positionierung der ersten Homogenisierungseinrichtung 12 auf der zweiten Homogenisierungseinrichtung 14 ist die entsprechende Begrenzungswand eine obere Begrenzungswand). Dadurch wiederum ist der Anteil an Toträumen in der Homogenisierungskammer 33 minimiert.

[0044] Durch die Antriebe 26 und 36 lassen sich Drehzahlen für die jeweils zugeordneten Rotoren 22 bzw. 38 erreichen, welche mindestens größer sind als 8000 Umdrehungen pro Minute. Gute Homogenisierungsergebnisse für Pulvermaterialien zur Herstellung von elektrochemischen Funktionsschichten haben sich bei Drehgeschwindigkeiten zwischen 10000 und 20000 Umdrehungen pro Minute erzielen lassen.

[0045] Erfindungsgemäß wird über den ersten Rotor 38 eine erste Luftströmung erzeugt und über den zweiten Rotor 22 eine zweite Luftströmung erzeugt, wobei die beiden Luftströmungen gegenläufig sind, da sich die beiden Rotoren 22 und 38 in der Homogenisierungskammer 33 in entgegengesetzte Richtungen drehen. Die Drehgeschwindigkeiten stimmen dabei aber vom Betrag im wesentlichen überein. Um eine Synchronisierung der Drehgeschwindigkeiten zu erhalten, ist insbesondere eine Synchronisierungsvorrichtung 48 vorgesehen, welche den Antrieb der beiden Rotoren 38 und 22 miteinander synchronisiert. Beispielsweise kann es sich um eine elektronische Synchronisierungsvorrichtung handeln, welche Elektromotoren synchronisiert.

[0046] Es kann aber auch vorgesehen sein (in der Zeichnung nicht gezeigt), daß ein einziger Antrieb für die beiden Rotoren 22 und 38 vorgesehen ist und die Synchronisierungsvorrichtung bewirkt, daß die beiden Rotoren gegenläufig in der Homogenisierungskammer 33 rotieren, indem beispielsweise ein entsprechendes Getriebe vorgesehen ist, um die unterschiedliche Drehrichtung aber mit im wesentlichen gleicher Drehgeschwindigkeit zu bewirken.

Die erfindungsgemäße Homogenisierungsvorrichtung funktioniert wie folgt:

[0047] Eine der Homogenisierungseinrichtungen wird mit dem zu homogenisierenden Pulvermaterial 20 befüllt, beispielsweise die zweite Homogenisierungseinrichtung 14 mit ihrer zweiten Kammer 18. Anschließend wird die erste Homogenisierungseinrichtung 12 auf der zweiten Homogenisierungseinrichtung 14 positioniert und diese beiden Einrichtungen werden miteinander fixiert, um so die Homogenisierungskammer 33 zu bilden.

[0048] Die Rotoren 22 und 38 werden dann in Betrieb genommen, wobei die Drehgeschwindigkeit beispiels-

weise zwischen 10000 Umdrehungen pro Minute und 20000 Umdrehungen pro Minute liegt. Die beiden Rotoren 22 und 38 sind dabei so miteinander synchronisiert, daß sie gegenläufig im wesentlichen die gleiche Drehgeschwindigkeit aufweisen.

[0049] Durch die Rotation eines Rotors 22 bzw. 38 in der Homogenisierungskammer 33 wird ein Luftstrom erzeugt, welcher wiederum eine Strömung des Pulverfluids bewirkt. Durch die gegenläufige Rotation der beiden Rotoren 22 und 38 sind die Luftströmungen so ausgebildet, daß sie das Pulvermaterial zwischen den beiden Rotoren 22 und 38 in der Schwebe halten. Die Luftströmungen bewirken weiterhin Fluidströmungen im Pulverfluid. Dies wiederum bewirkt ein Aneinanderreiben von Pulverteilchenkagglomeraten in dem Pulverfluid. Dadurch verkleinern sich diese Kogglomerate, so daß im Endergebnis eine gleichmäßige Größenverteilung der Kogglomeratpartikel im Pulvermaterial erreicht wird und bezogen auf das Ausgangsmaterial 20 kleinere Kogglomerate vorliegen.

[0050] Die Homogenisierung des Pulvermaterials 20 durch die Homogenisierungsvorrichtung 10 erfolgt also im wesentlichen nicht durch eine direkte mechanische Beeinflussung der Rotoren 22 und 38 auf das Pulvermaterial 20 (Mahlen), sondern durch innere Reibung im Pulverfluid, wobei die Rotoren 22, 38 über die jeweils verursachten gegenläufigen Luftströmungen den Antrieb für die Pulverfluidströmungen darstellen. Da das Pulvermaterial zwischen den Rotoren 22 und 38 in der Schwebe gehalten wird, ist der Anteil von Toträumen in der Homogenisierungskammer 33 minimiert; in solchen Toträumen könnten sich Pulverkogglomerate ansammeln, die nicht weiter zerrieben werden und damit das Homogenisierungsergebnis negativ beeinflussen.

[0051] Um ein Anhaften von Pulvermaterial an den Rotoren 22 und 38 zu verhindern, sind diese mit einer Antihafbeschichtung versehen.

[0052] Die erfindungsgemäße Homogenisierungsvorrichtung und das erfindungsgemäße Verfahren lassen sich vorteilhaft einsetzen für die Herstellung von Pulvermaterial für elektrochemische Funktionsschichten und insbesondere katalytische Schichten; wie sie beispielsweise bei Polymerelektrolytmembran-Brennstoffzellen (PEFC) eingesetzt werden mit Wasserstoff oder Methanol als Reaktionsgas. Es lassen sich auch elektrochemische Schichten für Batteriesysteme mit solchen homogenisierten Pulvern herstellen oder elektrochemische Schichten für Reaktoren und Reformer. Darüber hinaus lassen sich mit entsprechend homogenisierten Pulvermaterialien auch Pulverlackierungen herstellen. Es ist auch möglich, Oberflächen von Wärmetauschern oder Absorbern mit entsprechend homogenisierten Pulvern herzustellen.

[0053] Im folgenden wird die Herstellung von Pulvermaterial für elektrochemische Funktionsschichten beschrieben.

[0054] Einsetzbare Pulvermaterialien umfassen einen Katalysator wie Platin oder Platin-Ruthenium, wo-

bei dieser Katalysator insbesondere geträgert ist, d. h. auf Rußpartikeln oder Kohlepartikeln sitzt. Ferner ist ein Bindemittel vorgesehen, bei dem es sich um einen organischen Stoff wie PTFE (Polytetrafluorethylen) handeln kann, das zum einen die Trägerpartikel mit dem Katalysator bindet und zum anderen hydrophobe Eigenschaften hat, so daß sich eine Durchfeuchtung der hergestellten Funktionsschicht verhindern läßt. Weiterhin können Porenbildner zugesetzt sein und auch protonenleitende Materialien, um eine effektive Oberflächenvergrößerung zu bewirken und die elektrochemischen Reaktionsflächen zu vergrößern und eine Protonenleitung zu einer Membran sicherzustellen. Es können auch elektronenleitende Materialien vorhanden sein, wobei bei Ruß oder Kohle als Trägerpartikel diese bereits elektronenleitend wirken.

[0055] Es ist das Ziel, Pulvermischungen herzustellen, welche möglichst fein sind. Durch die erfindungsgemäße Homogenisierungsvorrichtung lassen sich homogenisierte Pulvermischungen erzeugen mit Partikeln, welche beispielsweise kleiner sind als 50 nm und Kogglomerate aufweisen, die kleiner sind als 500 nm.

[0056] Derartig hergestellte Pulvermaterialien (die Homogenisierung wird als ein Teil des Herstellungsprozesses betrachtet) weisen hervorragende Eigenschaften bezüglich ihrer elektrochemischen Funktionalität auf. Es lassen sich dabei trockene Schichten aufsprühen, die unter anderem auch aufgrund des hohen Homogenisierungsgrads des Pulvermaterials eine hohe Reproduzierbarkeit aufweisen, wodurch wiederum die elektrochemischen Eigenschaften der hergestellten Schicht einen hohen Reproduzierbarkeitsgrad aufweisen.

[0057] Ein erfindungsgemäß homogenisiertes Pulver läßt sich über eine Pulverfördevorrichtung auf einen Träger, beispielsweise einer Membran, aufbringen. Eine solche Pulverfördevorrichtung und ein entsprechendes Verfahren zur Pulveraufftragung auf einen Träger ist in der nicht vorveröffentlichten deutschen Anmeldung Nr. 101 34 498.8 vom 2. Juli 2001 der gleichen Anmelderin beschrieben, auf die hiermit ausdrücklich Bezug genommen wird.

[0058] In den Figuren 3 und 4 sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von erfindungsgemäß homogenisiertem Pulvermaterial gezeigt, wobei es sich um einen kohlenstoffgeträgerten Platinkatalysator mit PTFE als Bindemittel handelt. Figur 3 zeigt eine Aufnahme mit zwanzigtausendfacher Vergrößerung und Figur 4 eine Aufnahme des gleichen Materials mit fünfzigtausendfacher Vergrößerung.

[0059] Man erkennt in diesen Aufnahmen die einzelnen Pulverpartikel, welche eine Größe von ca. 30 nm aufweisen; ferner erkennbar sind Pulverpartikelkogglomerate, welche eine Größe von ca. 500 nm haben. Weiterhin erkennbar sind fadenförmige Strukturen, bei denen es sich um PTFE-Fäden handelt. Damit PTFE einerseits als Bindemittel für die Pulverpartikel wirken kann und andererseits die hydrophobe Wirkung sicher-

gestellt ist, müssen solche Fäden vorliegen. Eine Zerstörung der Fäden während der Homogenisierung des Pulvermaterials würde die elektrochemischen Eigenschaften von aus einem solchen Material hergestellten Funktionsschichten stark beeinträchtigen.

[0060] Durch das erfindungsgemäße Verfahren, d. h. das Inschwebehalten der Pulverpartikel zwischen den beiden Rotoren 22 und 38 und Zerreibung des Pulvermaterials aufgrund innerer Reibung läßt sich sicherstellen, daß eben während der Homogenisierung die Fäden nicht zerstört werden. Bei einem Mahlprozeß, bei dem ein Messer (beispielsweise in der Form eines Rotormessers) auf das Pulvermaterial einwirkt, besteht grundsätzlich immer die Gefahr der Zerstörung der PTFE-Fäden.

[0061] Ein entsprechendes Pulvermaterial wird dabei in der Homogenisierungsvorrichtung 10 nur so lange homogenisiert, daß sichergestellt ist, daß keine Zersetzungsprozesse in dem Pulvermaterial auftreten, wie beispielsweise chemische Reaktionen, die das Pulvermaterial so verändern könnten, daß die elektrochemischen Eigenschaften entsprechend hergestellter Funktionsschichten verschlechtert sind.

Patentansprüche

1. Homogenisierungsvorrichtung für ein Pulvermaterial (20) mit einer mit dem Pulvermaterial (20) befüllbaren Homogenisierungskammer (33), in welcher ein erster Rotor (38) drehbar angeordnet ist und beabstandet zu diesem ein zweiter Rotor (22) drehbar angeordnet ist, wobei die beiden Rotoren (38, 22) gegenläufig rotieren, um gegenläufige Strömungen zu erzeugen, über die das Pulvermaterial (20) zerreibbar ist.
2. Homogenisierungsvorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** der erste Rotor (38) und der zweite Rotor (22) mit im wesentlichen gleicher Drehgeschwindigkeit gegenläufig rotierbar sind.
3. Homogenisierungsvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** eine Synchronisierungsvorrichtung (48) zur Synchronisierung eines Antriebs (36) für den ersten Rotor (38) und eines Antriebs (26) für den zweiten Rotor (22) vorgesehen ist.
4. Homogenisierungsvorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** eine Drehachse (46) für den ersten Rotor (38) und eine Drehachse (44) für den zweiten Rotor (22) im wesentlichen zusammenfallen.
5. Homogenisierungsvorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,**

- net, daß** ein Abstand (B) eines Rotors (38; 22) zu einer Begrenzungswand (30) der Homogenisierungskammer (33) kleiner ist als ein Fünftel des Abstandes (A) zwischen dem ersten Rotor (38) und dem zweiten Rotor (22).
6. Homogenisierungsvorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** durch die beiden Rotoren (38, 22) gegenläufige Strömungen in der Homogenisierungskammer (33) erzeugbar sind.
7. Homogenisierungsvorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** ein Antrieb (26; 36) für einen Rotor (22; 38) so ausgebildet ist, daß Rotordrehzahlen von mindestens 8000 Umdrehungen pro Minute erreichbar sind.
8. Homogenisierungsvorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** ein Rotor (22; 38) ein oder mehrere Rotorblätter aufweist, welche mit einer Antihafbeschichtung für Pulvermaterial versehen sind.
9. Homogenisierungsvorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** der erste Rotor (38) und der zweite Rotor (22) an gegenüberliegenden Begrenzungswänden (30) der Homogenisierungskammer (33) gelagert sind.
10. Homogenisierungsvorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, **gekennzeichnet durch** eine erste Homogenisierungseinrichtung (12) mit einer ersten Kammer (34) und dem ersten Rotor (38) und einer im wesentlichen gleich ausgebildeten zweiten Homogenisierungseinrichtung (14) mit einer zweiten Kammer (18) und dem zweiten Rotor (22), wobei die erste Homogenisierungseinrichtung (12) und die zweite Homogenisierungseinrichtung (14) so relativ zueinander positionierbar sind, daß die Homogenisierungskammer (33) **durch** die erste Kammer (34) und die zweite Kammer (18) gebildet ist.
11. Homogenisierungsvorrichtung nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die erste Homogenisierungseinrichtung (12) auf der zweiten Homogenisierungseinrichtung (14) positionierbar ist.
12. Homogenisierungsvorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die erste Homogenisierungseinrichtung (12) und zweite Homogenisierungseinrichtung (14) relativ zueinander fixierbar sind.
13. Homogenisierungsvorrichtung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, daß** vor einer Fixierung die Homogenisierungskammer (33) befüllt wird.
14. Verfahren zur Homogenisierung eines Pulvermaterials, bei welchem durch einen ersten Rotor eine Luftströmung und durch einen zweiten Rotor eine gegenläufige Luftströmung erzeugt wird, wobei das Pulver in gegenläufigen Strömungen zerrieben wird.
15. Verfahren nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Pulvermaterial über die beiden Luftströmungen in der Schwebe gehalten wird.
16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Pulvermaterial höchstens so lange homogenisiert wird, daß keine Zersetzungsprozesse in dem Pulvermaterial stattfinden.
17. Verwendung der Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 13 oder des Verfahrens nach einem der Ansprüche 14 bis 16 zur Herstellung von homogenisiertem Pulver als Beschichtungsmaterial für eine elektrochemische Funktionsschicht.
18. Verwendung der Vorrichtung nach Anspruch 17, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Pulvermaterial eine Mischung aus einem Katalysatormaterial und einem Bindemittel ist.
19. Verwendung der Vorrichtung nach Anspruch 18, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Katalysatormaterial geträgert ist.
20. Verwendung der Vorrichtung nach einem der Ansprüche 17 bis 19, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Mischung ein elektronenleitendes Material umfaßt.
21. Verwendung der Vorrichtung nach einem der Ansprüche 17 bis 20, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Mischung ein protonenleitendes Material umfaßt.
22. Verwendung der Vorrichtung nach einem der Ansprüche 17 bis 21, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Mischung einen Porenbildner umfaßt.

FIG.1

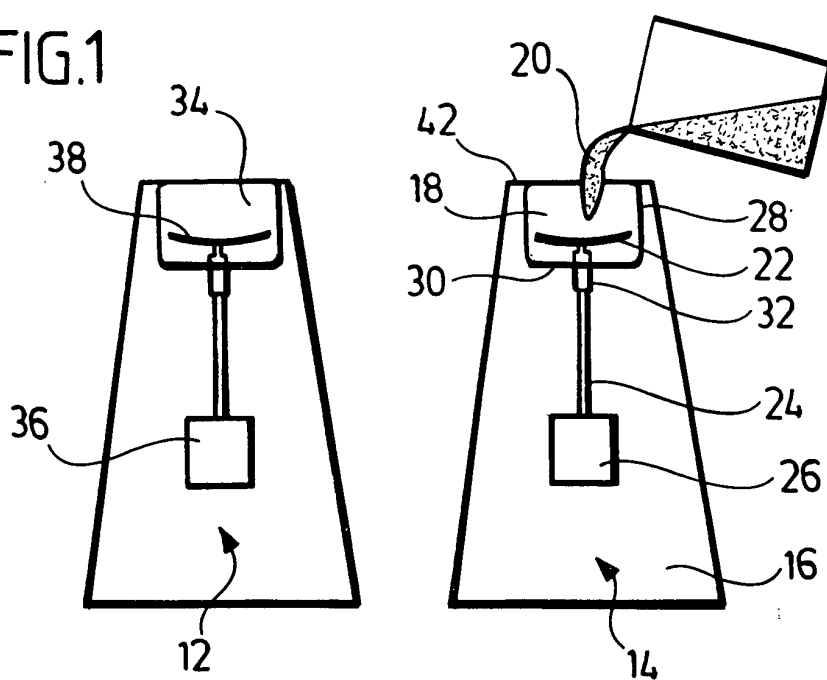
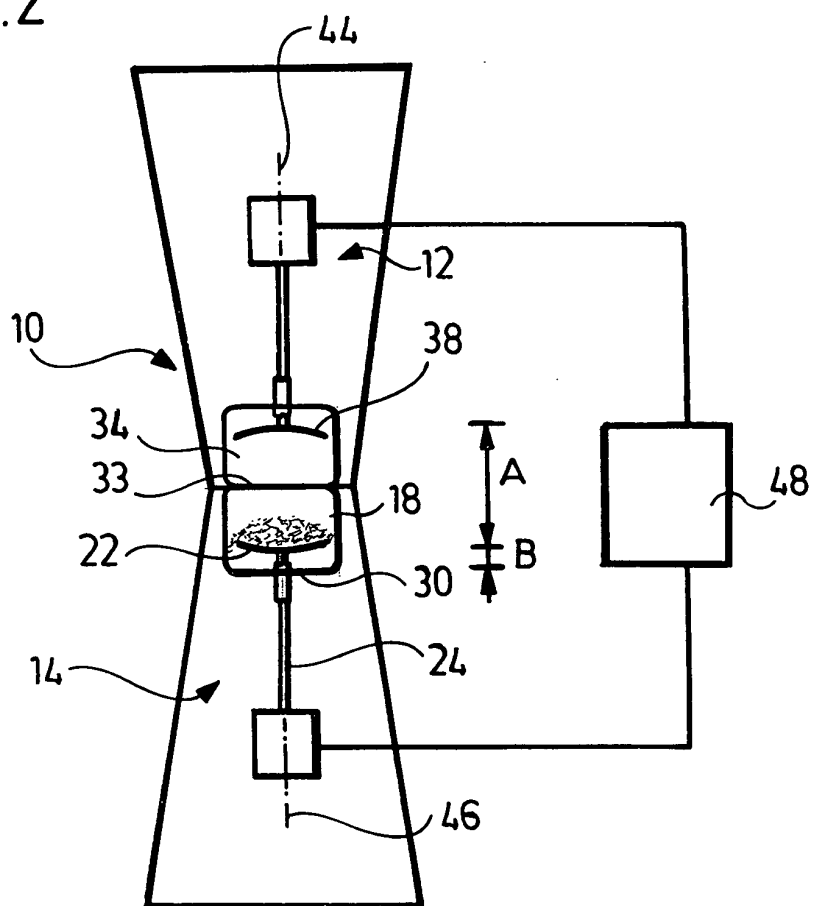


FIG.2



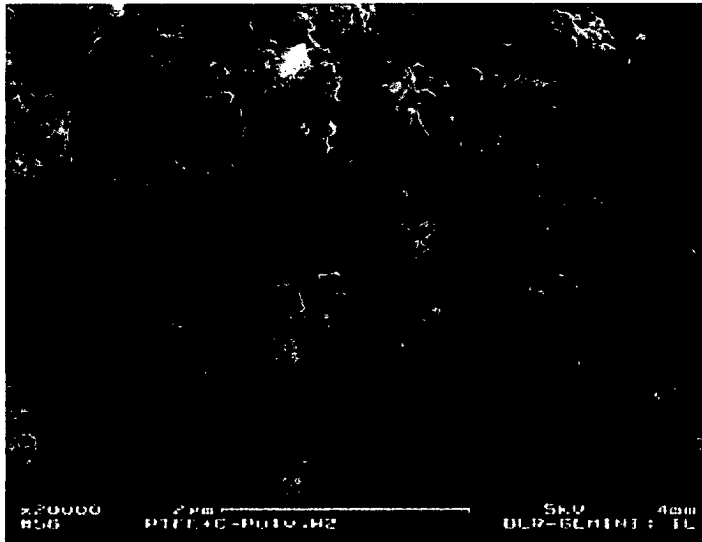


FIG.3

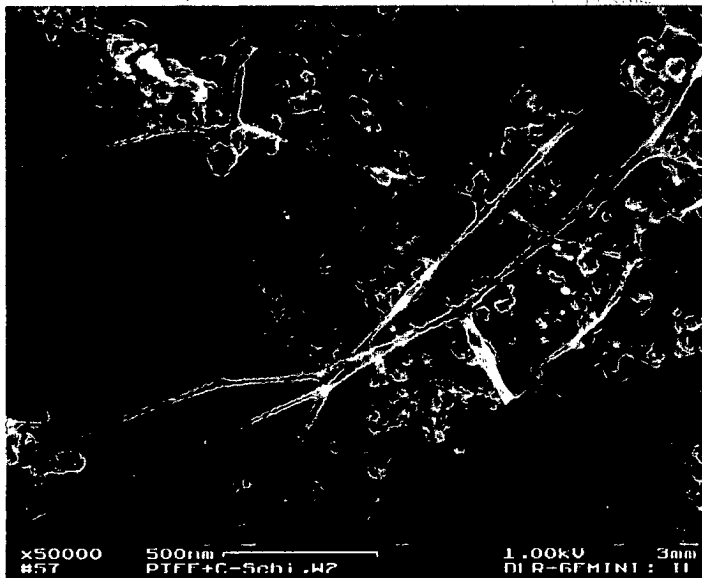


FIG.4



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 02 02 3626

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	GB 2 046 109 A (WINKWORTH MACHINERY LTD; IMI REFINERS LTD) 12. November 1980 (1980-11-12) * Seite 1, Spalte 105 - Seite 2, Spalte 44; Abbildung 2 *	1,2,4,6,9	B01F7/16 B01F7/22
A	US 3 937 446 A (FEGE HERBERT ET AL) 10. Februar 1976 (1976-02-10) * Spalte 2, Zeile 32 - Spalte 4, Zeile 11; Abbildungen 1,4 *	1-13	
A	US 3 278 661 A (ERICH BECK) 11. Oktober 1966 (1966-10-11) * Spalte 1, Zeile 22 - Spalte 4, Zeile 34; Abbildung 5 *	1,4,7,8	
A	US 3 307 834 A (DENNIS WILDE) 7. März 1967 (1967-03-07) * das ganze Dokument *	1-13	
A	US 3 578 649 A (BADGUERAHANIAN LEON ET AL) 11. Mai 1971 (1971-05-11) * Spalte 3, Zeile 43 - Zeile 74; Abbildung 1 *	1-13	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7) B01F
A	DE 704 372 C (J S PETZOLDT FA) 28. März 1941 (1941-03-28) * das ganze Dokument *	1-22	
A	EP 0 354 888 A (NOVLAB INNOVATION AB) 14. Februar 1990 (1990-02-14) * Zusammenfassung * * Spalte 2, Zeile 28 - Zeile 36; Abbildung 1 *	1-22	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 11. Dezember 2002	Prüfer Philpott, G
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 02 02 3626

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

11-12-2002

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
GB 2046109	A	12-11-1980	KEINE		
US 3937446	A	10-02-1976	KEINE		
US 3278661	A	11-10-1966	AT	264809 B	10-09-1968
			CH	417926 A	31-07-1966
			DE	1454743 A1	23-01-1969
			GB	966370 A	12-08-1964
			SE	306612 B	02-12-1968
US 3307834	A	07-03-1967	GB	1080443 A	23-08-1967
			DE	1471964 A1	02-01-1970
US 3578649	A	11-05-1971	FR	1385374 A	15-01-1965
			FR	85527 E	27-08-1965
			BE	647821 A	12-11-1964
			DE	1520609 A1	07-08-1969
			GB	1053572 A	
			NL	6404963 A ,B	16-11-1964
DE 704372	C	28-03-1941	KEINE		
EP 0354888	A	14-02-1990	EP	0354888 A1	14-02-1990
			SE	8802879 A	13-02-1990

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82