



Mortaio automatico Pulverisette 2

L'IMPORTANZA DELLA MACINAZIONE NELLA PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

In fase analitica ciò che conta è l'affidabilità e la riproducibilità del dato finale. Ma il tutto è strettamente correlato alle modalità di conduzione dell'operazione iniziale

S spesso accade che nei laboratori si investano molte risorse umane ed economiche al fine di dotarsi e utilizzare al meglio costosi e complessi strumenti analitici.

Il più delle volte, però, si sottovaluta la fase di preparazione del campione non considerando che, quasi sempre, quest'ultimo deve essere preventivamente macinato, omogeneizzato e diviso, al fine di prelevarne un'aliquota veramente rappresentativa dell'intero.

La riproducibilità e affidabilità del dato finale in fase analitica è direttamente correlata a come viene preparato il campione. Per questo scopo è determinante eseguire una buona analisi preventiva del proprio prodotto. Riveste molta importanza capirne la durezza, la composizione e l'eventuale termosensibilità potendo così identificare il miglior processo di prepara-

zione. È altresì fondamentale, al fine di un buon dato finale, determinare possibili contaminazioni indesiderate. In ogni processo di macinazione vi è sempre una cessione da parte degli agenti macinanti: da qui la necessità di capire percentuali tollerabili e/o selezionare corpi macinanti in materiali alternativi che con la loro cessione non "inquinano" il campione. Di conseguenza, si rivela particolarmente utile poter consultare le schede di titolazione chimica di ogni equipaggio di macinazione per comprenderne composizione, durezza, peso specifico, resistenza all'abrasione ed eventuale resistenza a contatto con liquidi organici.

Dovendo quindi processare prodotti anche molto diversi fra loro, Fritsch - società di riferimento a livello internazionale - propone un'esaustiva gamma di mulini, basati su principi di lavoro differen-

ti e che permettono di preparare pressoché tutti i tipi di campione.

Partner per l'Italia del sopra citato costruttore tedesco è CDL, consorzio distributore di prodotti per i laboratori scientifici. Tale Gruppo nazionale si prefigge di fornire il completo supporto commerciale e tecnico con dimostrazioni pratiche e test di macinazione per i campioni dei propri committenti.

Tecnologie disponibili

Le principali apparecchiature di cui può servirsi l'utilizzatore sono: mortai automatici, frantoi a mascelle e mulini sia a taglio (a coltelli fissi e mobili) che centrifughi e a sfere con movimento planetario.

Mortaio automatico

Nasce come automatizzazione del processo manuale di mortaio e pestello. Indicato

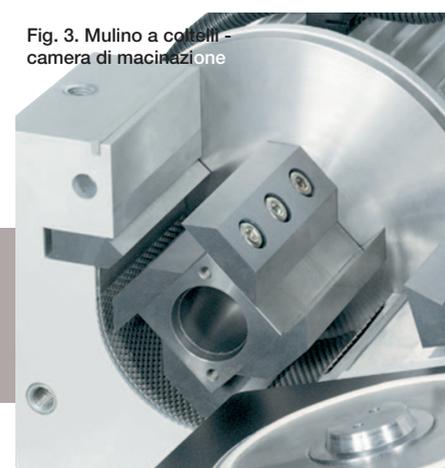
per polveri farmaceutiche, principi attivi, riduzione di pastiglie, polveri minerali e metalliche, è il più semplice e "gentile" fra tutti i mulini. La granulometria di partenza è di circa 8-10 mm, con una finezza finale prossima a 20 mm. Tale strumento è composto da un mortaio montato all'interno di una vaschetta e da un pestello posto al centro del mortaio stesso (vedi figura 1, in apertura). Tramite il pestello è possibile preselezionare la distanza fra quest'ultimo e il mortaio, definendo così anche la granulometria finale del campione. La vaschetta messa in movimento da un

e ceramici, questa apparecchiatura è in grado di frantumare campioni molto duri (9/10 mohs) con una granulometria iniziale di circa 10 cm e arrivando a una finezza finale di qualche millimetro. La mascella mobile si avvicina e si allontana a quella fissa con un moto circolare, costringendo il campione a cadere sempre più in basso e quindi a essere schiacciato. La distanza preselezionata fra le due mascelle corrisponde alla finezza finale del campione (Fig. 2). Grande è il vantaggio di potere sia sfruttare lo strumento in continuo avendo

precedenti e successive oltre alla possibilità di potervi connettere un aspiratore per ovviare all'eventuale sviluppo di polveri fini durante il processo di riduzione.

Mulino a coltelli

Il suo principio di funzionamento è quello del taglio tra coltelli mobili montati su di un



rotore e altri fissi all'interno della camera di macinazione. La rotazione dei coltelli mobili costringe il campione a interpersi fra le lame fisse e quelle mobili. Il materiale rimane all'interno della camera di macinazione fino a quando non viene ridotto a una finezza inferiore dell'apertura di maglia di un setaccio posto alla base della camera che ne determina la granulometria finale.

È possibile ridurre campioni con dimensione iniziale di circa 90 mm per arrivare a una finezza finale di circa 250 mm.

Questo mulino (Fig. 3) è indicato per la preparazione di materie plastiche e gomma, resine sintetiche, pelle, sostanze fibrose, rifiuti non metallici, cellulosa in genere e materiali organici (foglie, rami,

motore gira sul proprio asse e un raschiato convogliatore al suo interno raccoglie il campione spingendolo sempre sotto il pestello. Il consistente vantaggio rispetto al processo manuale è la ripetibilità dei risultati e la bassa energia sviluppata dal sistema. La vaschetta gira sempre a velocità costante e il campione viene ridotto in maniera omogenea, senza subire sbalzi termici che potrebbero falsare la successiva fase analitica. È anche possibile omogeneizzare paste potendo introdurre liquidi all'interno della vaschetta (Fig. 1). Diversi materiali per mortaio e pestello assicurano un'ampia scelta per eventuali contaminazioni non volute.

Frantoio a mascelle

Indicata per la pre-frantumazione di rocce, terreni, scorie metalliche, rifiuti da inceneritore, materiali edili

così un'elevata produttività (fino a ~ 200 kg/h) sia agevolmente intercambiare le mascelle in svariati materiali. Importante è la facilità di pulizia per evitare contaminazioni fra frantumazioni

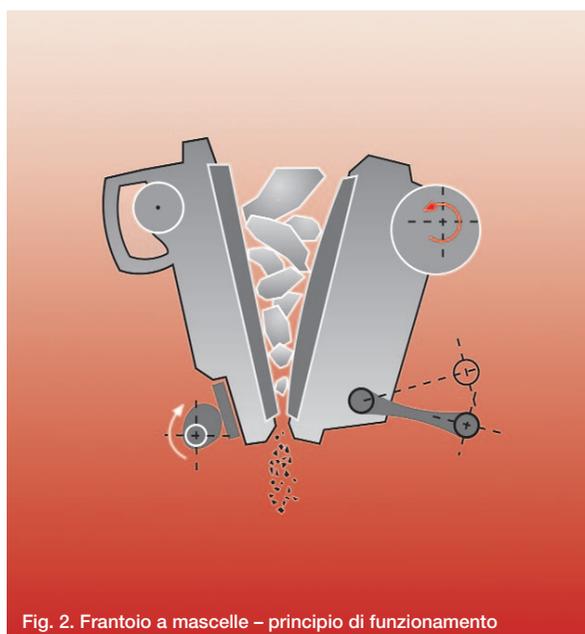


Fig. 2. Frantoio a mascelle - principio di funzionamento

semenze, erbe). Una velocità di rotazione relativamente bassa e costante circa 3.000 giri/min) permette di macinare il campione senza sviluppare un eccessivo aumento di temperatura che potrebbe deteriorare il prodotto.

La velocità del processo consente di ridurre notevolmente i tempi di lavoro e, grazie a un'ampia gamma di setacci, è possibile modulare la finezza finale del proprio prodotto.

Particolare attenzione deve essere data alla modalità di pulizia; lo strumento deve offrire semplicità nell'accesso alla camera di macinazione e facilità di estrazione del rotore del setaccio e del portello frontale per una rapida e sicura pulizia.

avvolto da un setaccio circolare la cui apertura di maglia definisce la finezza finale del campione. Il sistema consente una pezzatura iniziale del campione di circa 10 mm e, grazie a diversi setacci, è possibile arrivare a una finezza finale < 80 µm.

Il campione appena caduto all'interno della camera di macinazione, per effetto della forza centrifuga sviluppata dall'alta velocità del rotore, viene proiettato fra i denti del rotore stesso e il setaccio; non appena le particelle tagliate sono più piccole dell'apertura di maglia di quest'ultimo lasciano la camera di macinazione depositandosi nel recipiente di raccolta (Fig. 4). L'alta velocità di rotazione (variabile da 6.000 a 20.000 giri/min) garantisce una

(overload) avvertendo così l'operatore o impedendo momentaneamente il carico di nuovo campione da parte di una tramoggia esterna sincronizzabile fino al riequilibrio del sistema.

Quindi modulare al meglio la velocità di rotazione del rotore diventa essenziale per poter trovare il giusto numero di giri per ogni campione evitando un eccessivo riscaldamento del proprio prodotto.

Inoltre, potrebbe divenire indispensabile pre-raffreddare (e quindi anche infragilire notevolmente) il campione, immergendolo in azoto liquido prima di procedere alla macinazione.

Fondamentale anche la possibilità di intercambiare completamente più camere di

Macinazione: dal mortaio automatico e polveri farmaceutiche al mulino a mascelle



Fig. 4. Mulino centrifugo - camera di macinazione

Mulino centrifugo

Partendo dallo stesso principio di funzionamento del mulino a coltelli, uno sviluppo tecnologico ha permesso di realizzare un altro mulino, quello centrifugo, il cui concetto di taglio è stato esteso per raggiungere un processo più complesso di taglio-impatto-proiezione del campione, all'interno della camera di macinazione. Un rotore circolare con diversi "denti" è

grande energia al sistema. Il mulino centrifugo è adatto per campioni organici, generi alimentari secchi, cereali, mangimi, legno, piante, sostanze fibrose, prodotti chimici in polvere o granulati, materiali plastici ed elastici, nonché

per tutti i prodotti ove sia più indicata una forte azione di taglio. Un aspetto importante da considerare è il possibile sviluppo di temperature elevate.

Per poter quindi processare anche campioni termosensibili, lo strumento deve offrire un controllo di coppia e temperatura.

Un eventuale aumento di energia richiesta dal sistema per mantenere costante la velocità impostata deve essere segnalato

macinazione (recipiente di raccolta, setaccio e rotore) per poter ovviare ai tempi improduttivi di lavaggio delle camere stesse.

Evoluzione del sistema planetario

Il più importante fra i mulini per la preparazione del campione è quello a sfere planetario (Fig. 5).

Giare con all'interno sfere e campione vengono fatte girare su di un piatto in senso orario e su loro stesse in senso contrario mantenendo questo rapporto costante (Fig. 6).

La combinazione delle due forze produce un violento spostamento continuo di sfere e materiale da una parete all'altra della giara macinando velocemente e in modo omogeneo il campione.

La più recente evoluzione è il mulino vario-



Fig. 5. Mulino a sfere planetario Pulverisette 5

degli aggregati dopo essiccazione.

Un'ampia gamma di giare in diversi volumi, sfere in svariati diametri e numerosi differenti materiali ne fanno uno strumento dai mille usi.

Importante, quindi, diventa la possibilità di scegliere equipaggi di macinazione nei materiali più disparati, evitando contaminazioni non desiderate oltre a disporre di giare in volumi differenti per ottimizzare al meglio la quantità di campione da processare (disponibilità di volumi totali di giare da 500 a 12 ml).

Svariati diametri delle sfere di macinazione aiutano a individuare il miglior rapporto fra tempo di macinazione e numero di giri. Come indicazione, si può dire che poche

di partenza (5 - 4 mm) arrivando a finezze finali anche < 1 mm.

Per finezze molto spinte potrebbe divenire indispensabile (normalmente al di sotto di 40 mm) macinare a umido al fine di contrastare il fenomeno dell'impaccamento delle polveri; sarà quindi necessaria la ricerca di un liquido compatibile con il proprio campione. A fine macinazione si dovrà fare essiccare il tutto in stufa per isolare la polvere ottenuta dal liquido disperdente. La possibilità di utilizzare coperchi con valvole per l'introduzione di gas inerti e sensori per rilevare pressione e temperatura durante il processo consente di studiare macinazioni in atmosfera controllata; inoltre, permette la riduzione

co per ridurre pastiglie, principi attivi per frantumare rocce, terreni e scorie metalliche

planetario. Con questa tecnologia è il ricercatore a poter definire il rapporto (finora non modificabile) tra velocità di rotazione del piatto e di contro rotazione della giara sul proprio asse: parametri fondamentali, per esempio, per la ricerca di materiali innovativi e studi di alligazione meccanica.

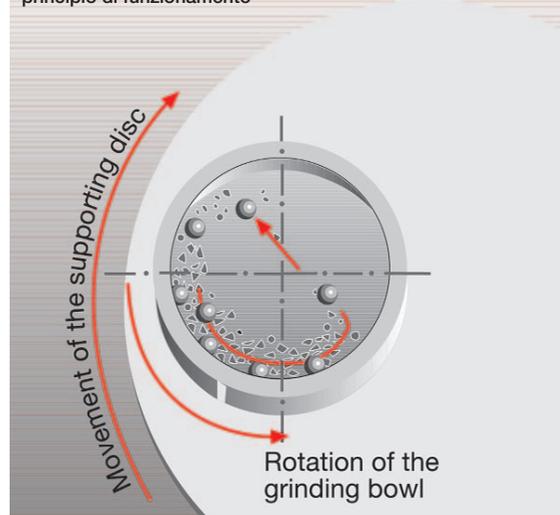
Con una granulometria di partenza max di 10 mm è possibile ottenere una polvere molto fine, anche < 1 mm.

Questo mulino è indicato per una vasta tipologia di campioni, quali polveri metalliche e minerali, rocce, ciottoli, polveri farmaceutiche, vetro, cemento, clinker, polveri ceramiche, fibre di vetro, carbone, fertilizzanti, pigmenti e vernici in polvere. L'apparecchiatura risulta utile in ricerca e sviluppo di nuovi materiali, per l'omogeneizzazione di più componenti o la rottura

sfere grandi (diametro 30 e 40 mm) spaccano pochi frammenti di campione molto grossi; tante sfere piccole (20, 10 e 5 mm) raffinano polveri con basse granulometrie

anche di sostanze non macinabili in aria. Speciali sistemi di serraggio consentono di lavorare anche senza glove-box.

Fig. 6. Movimento planetario – principio di funzionamento



Considerazioni conclusive

Osservando la vasta gamma di strumenti e relativi accessori a disposizione per la preparazione del campione è facile intuire come importante non sia solo utilizzare le apparecchiature corrette, ma anche sperimentare per ogni singolo campione quale sia la migliore metodica di macinazione. Il concetto di fondo è che una buona fase analitica non può che nascere da un'attenta e consapevole preparazione del campione.