

Dispersion system for laboratory experimentation to grind or disperse powders in suspension

Sistema in dispersione per sperimentazioni di laboratorio sulla macinazione o dispersione delle polveri in sospensione



Dr. S. Bysouth
Automaxion

Automaxion Sarl based in France, has developed a bead milling and dispersion system for laboratory experimentation that can grind or disperse powders in suspension. Originally developed for comminution of crop protectants in a sophisticated robotic system, the company has been broadening the applications with its customers to include pharmaceuticals, catalysts and, of interest to the European Coatings readers, pigments for coatings and inks.

Based on a patented variation of planetary milling, the system was developed to grind multiple samples in vials which could be handled by a robot but when used unautomated, as most users do, the vials and the way they are held in the system still present considerable advantages when processing pigments. Sample size can be varied by selecting adapters for vials between 20 and 100 ml (Fig. 1). Below 20 ml, it is more harder to get energy into the beads (though for pharmaceutical applications, 2 ml vials have proven useful) and above 100 ml, a more conventional planetary mill is preferred as the vials cannot be accommodated in the special adapters.

When considering performance, the particle size distribution is comparable or superior to such things as recirculating or basket mills. Of course, this is dependent

Automaxion Sarl, ubicata in Francia, ha messo a punto un sistema di dispersione a microsfere per esperimenti di laboratorio, in grado di macinare o disperdere le polveri in sospensione. Sviluppato in origine per la polverizzazione di materiali protettivi per raccolti in un sistema robotizzato sofisticato, la società ha ampliato lo spettro delle applicazioni con la propria clientela per includere i prodotti farmaceutici, i catalizzatori e, coinvolgendo gli operatori europei nel campo dei rivestimenti, anche i pigmenti per rivestimenti e inchiostri.

In base ad una variazione brevettata del mulino planetario, il sistema è stato messo a punto per macinare campioni multipli in fiale che possono essere manipolate da un robot, ma nei casi in cui esse siano trattate manualmente, come capita di frequente, le fiale e le modalità d'uso nel sistema presentano vantaggi considerevoli nel trattamento dei pigmenti. La dimensione dei campioni può essere variata selezionando adattatori per fiale variabili da 20 a 100 ml (Fig. 1). Al di sotto dei 20 ml, è più difficile apportare energie alle microsfere (anche se per le applicazioni farmaceutiche, le fiale da 2 ml si sono dimostrate utili) e al di sopra dei 100 ml, si preferisce utilizzare un mulino planetario più convenzionale perché le fiale non possono essere sistemate negli adattatori speciali.

Quando si prende in considerazione la prestazione, la distribuzione granulometrica è comparabile se non addirittura superiore a sistemi come i mulini di ricircolo o a cestello. Naturalmente, ciò dipende dal modo in cui il sistema è attivato, ma usando le microsfere adatte in condizioni idonee, è possibile ottenere distribuzioni strette con D_{50} di 0,1 μm o meno (Fig. 2), che rappresenta il limite pratico per i dispositivi di dispersione a microsfere. In alcune applicazioni, ciò è ottenibile in tempi brevi rispetto alle tecniche convenzionali. Ad esempio, in un'applicazione di rivestimento a base solvente, è stato utilizzato un tempo di macinazione pari a circa 10 minuti, contro le tre ore del mulino a cestello di laboratorio.

Questa applicazione mette in luce un altro vantaggio: dal momento che la dispersione viene eseguita in fiale chiuse, non vi è alcuna evaporazione durante il processo di dispersione, il che significa che, al termine del processo, la formulazione risulta essere in linea con quella originale, mentre l'evaporazione da un mulino a cestello aperto per tre ore suggerisce che il contenuto di solvente della dispersione finale è di fatto non nota. In effetti, il mulino può gestire contenitori a pressione ed è utilizzato per compiere questa operazione con un solvente molto volatile. Ovviamente, per questa applicazione e nei solventi volatili, la fiala deve essere in grado di sopportare la pressione alle temperature generate nel corso di questa attività.

Fig. 1
Sample size can be varied by selecting adapters for vials between 20 and 100 ml

La dimensione del campione può variare selezionando adattatori per fiale tra i 20 e i 100 ml



Fig. 2
Bead milling and dispersion system for laboratory experimentation that can grind or disperse powders in suspension

Sistema di macinazione e dispersione di Bead per la sperimentazione in laboratorio che può frantumare o disperdere polveri in sospensione



on the way the system is operated but with the right beads and conditions, narrow distributions can be obtained with a D_{50} of 0.1 μm or less (which is the practical limit for bead milling devices (fig. 2)). In some applications, this can be achieved in a shorter time compared to the conventional technique. For example, in a solvent coatings application, a milling time of about 10 minutes has been used compared to about 3 hours using a

laboratory basket mill. This application highlights another advantage: since the milling is carried out closed vials, there is no evaporation during milling which means that at the end of the milling the formulation is consistent with the original recipe, whereas evaporation from an open basket mill over 3 hours means that the solvent content of the final dispersion is unknown. In fact, the mill can handle pressure vessels and has been used for milling in a highly volatile solvent. Of course for this application and in any volatile solvent, the vial must be capable of withstanding the pressure at the temperatures generated by the milling. However, heat build-up is also limited by the way the vials are held in a large heat-absorbing and dissipating aluminium block, the comparatively small sample size and the air circulation around the milling space and adapters. Furthermore if temperature is critical, the mill can be operated with fewer samples, at a reduced speed or programmed to allow rest periods but as yet, in our experience, this has not been needed.

For aqueous systems and with good quality vials and closures, our experience is that vial leakage or breakage is very unusual. For volatile solvent systems, again as long as the vial chosen is suitable, leakage or breakage is rare but, especially if the solvent is flammable, secondary containment can be provided using an O-ring on the vial adapter. One word of caution, to avoid breakage, the vials used must be those originally specified for the adapters.

Saving the best news 'till last, the biggest advantage with the system comes from the sample throughput, which is especially important when working on understanding formulation variables, optimising ingredient concentrations and troubleshooting. Of course, the number of samples that can be processed at the same time, depends on the model of the mill but for a 4 adapter position mill and 30 ml vials, 32 samples can be milled at the same time. In addition, since samples are held within vials, there is nothing to clean and vials can be exchanged rapidly. In addition, you don't need to do any predispersion outside the mill since this can be carried out (if desired) by initially running the mill at a reduced speed, but we have found this step to rarely be needed. In one study

Tuttavia, lo sviluppo del calore è anche limitato dal modo in cui le fiale sono sistemate in un blocco di alluminio che assorbe e dissipa il calore, dalla dimensione relativamente ridotta del campione e dalla ventilazione attorno allo spazio adibito alla macinazione e ancora dagli adattatori. Inoltre, se la temperatura è critica, il mulino può essere utilizzato con un numero inferiore di campioni, ad una velocità minore o programmata per consentire periodi di riposo, anche se, in base alle esperienze pregresse, ciò è raramente indispensabile.

Per quanto riguarda i sistemi a base acquosa, utilizzando fiale e chiusure di alta qualità, l'esperienza ha dimostrato che le eventuali perdite dalle fiale o la rottura sono rare. Per quanto riguarda invece i sistemi a base solvente, scegliendo le fiale adatte, le perdite o la rottura sono anche in questo caso sporadiche, ma, in particolare se il solvente è un materiale infiammabile, è possibile fornire un secondo sistema di contenimento, con un anello O sull'adattatore della fiala. Come misura cautelativa aggiuntiva, per evitare la rottura, le fiale devono essere quelle specificate in origine per gli adattatori. Capitalizzando sulle buone notizie, fino all'ultimo, il vantaggio principale del sistema deriva dal materiale del campione, che è molto importante quando si interviene sulle variabili della formulazione,

where the University of Leeds was dispersing carbon black for special inks, we found that compared to a recirculating bead mill, the Automaxion system would allow eight samples to be processed per day as opposed to only one. Because of the small sample size, it is best to use critical tests on these samples first. If you then find you need a larger volume, you can use the mill to make replicates to combine for such tests. Of course, if you produced 32 samples at conventional volumes, you would also consume considerable quantities of ingredients and equivalent waste. Recently, we worked with a customer who uses valuable pigments and small sample size was a critical factor in using the Automaxion mill.

As with any new piece of equipment, there is some learning, adaptation and method development needed when first using the system but of course, since the mill rapidly produces samples, even this is relatively fast. Of course, Automaxion can help and if you want to try the mill on your samples, we can run some for you (you send everything to us already in the vials and we run them, returning them to you unopened) or you can have a mill in your laboratory for a period for testing. In either case, we support you through a two-way discussion to trouble shoot and help you understand how to use the system to best advantage. Alternatively, we can come to your laboratory to assist.

ottimizzando le concentrazioni dell'ingrediente e la risoluzione dei problemi. Naturalmente, il numero di campioni che possono essere trattati contemporaneamente dipende dal modello del mulino, ma per un mulino con 4 adattatori e fiale da 30 ml, è possibile trattare 32 campioni contemporaneamente. Oltre a questo, dal momento che i campioni sono posti nelle fiale, non vi è niente da ripulire e queste stesse possono essere scambiate rapidamente. Non è necessario eseguire la predispersione all'esterno del mulino perché questa può essere eseguita (su richiesta) facendo funzionare il mulino ad una velocità ridotta, anche se nella maggior parte dei casi è un'operazione superflua. In una ricerca compiuta all'università di Leeds in cui si è disperso il carbon black per inchiostri speciali, è stato accertato che rispetto al mulino a microsferi a ricircolo, il sistema Automaxion consente di trattare ben otto campioni al giorno e non uno. In ragione della dimensione ridotta del campione, è meglio utilizzare test critici su questi campioni. Se si scopre di aver bisogno di volumi superiori, è possibile usare il mulino per formare duplicati per l'esecuzione dei test. Ovviamente, se sono stati prodotti 32 campioni a volumi convenzionali, si consumerebbero quantità considerevoli di ingredienti producendo di conseguenza più prodotti di scarto. Recentemente, l'azienda ha lavorato con un cliente che utilizza pigmenti pregiati e la ridotta dimensione del campione si è rivelata un fattore critico ai fini dell'impiego del mulino Automaxion. Come per qualsiasi nuova attrezzatura, vi è sempre qualcosa da apprendere mettendo a punto misure e metodi al primo approccio ad un nuovo sistema, ma naturalmente, poiché il mulino produce campioni rapidamente, anche in questo caso si procede con celerità. Certamente, Automaxion può essere di grande ausilio e se si intende provare il mulino con i propri campioni, il produttore può eseguire le prime prove (il cliente invia il materiale alla società già collocato nelle fiale, la quale procede con il lavoro per poi restituirle al cliente chiuse) oppure è possibile ricevere il mulino nella propria sede di lavoro per il periodo in cui verrà svolto il test. In entrambi i casi, la società assiste il cliente in modo bipolare nella risoluzione dei problemi e nella comprensione delle modalità d'uso del sistema per ottenere i massimi vantaggi possibili. In alternativa, è possibile ricevere gli operatori nella propria sede di lavoro.