

KUGELMÜHLEN VON DER NANOVERMAHLUNG BIS ZUR MECHANOCHEMISCHEN SYNTHESE



RETSCH präsentiert die erste Schwingmühle im Markt, die Feinheiten bis in den Nanometerbereich erzielt.

Schwingmühle MM 500

www.retsch.de/mm500



Sehr geehrte Leserinnen und Leser, sehr geehrte Kunden und Geschäftspartner,

Kugelmøhlen zählen zu den effektivsten und variabelsten Instrumenten, für die Probenzerkleinerung. Die unterschiedlichen Zerkleinerungsmechanismen, Nutzvolumina und Werkstoffe für Mahlwerkzeuge machen diese Møhlen zur ersten Wahl für eine sehr groÙe Bandbreite an Anwendungen – von der Herstellung von Partikeln im Nanometerbereich bis zur Durchführung mechanochemischer Synthesen.

RETSCH hat das breiteste Angebot an Kugelmøhlen weltweit im Programm. Auf den nachfolgenden Seiten erfahren Sie nicht nur Informatives über die verschiedenen Kugelmøhlenmodelle und ihre Anwendungen, sondern erhalten auch Empfehlungen für die praktische Arbeit, wie zum Beispiel die Ermittlung der korrekten Kugelfüllung oder welche Schritte zur Erzielung einer spezifischen PartikelgröÙe nötig sind.

Das neueste Mitglied in der RETSCH Kugelmøhlenfamilie ist die Schwingmøhle MM 500. Diese Møhle verbindet auf einzigartige Weise die komfortable Handhabung einer klassischen Handmøhle mit der Leistung und Energie einer Planeten-Kugelmøhle. Dank einer Frequenz von 35 Hz erzeugt die MM 500 ausreichend Zerkleinerungsenergie zur Herstellung von Nanopartikeln – dies ist mit keiner anderen im Markt erhältlichen Schwingmøhle möglich.

Wir wünschen Ihnen viel Spaß beim Lesen dieser Ausgabe!

Ihr 

Dr. Jürgen Pankratz
Direktor Verder Scientific

PREMIUM QUALITY



MADE IN GERMANY

Inhalt KUGELMØHLEN



DIE PERFEKTE KUGELMØHLE FÜR JEDE ANWENDUNG
04 – 05



KUGELMØHLENTÉCHNIK NEU DEFINIERT
SCHWINGMØHLE MM 500
06 – 09



EISKALT ZERKLEINERN
CRYOMILL
10 – 11



DIE RICHTIGE BECHERBEFÜLLUNG UND KUGELGRÖÙE FÜR EINE ERFOLGREICHE VERMAHLUNG ERMITTELN
12 – 13



DAS MULTITALENT FÜR KLEINE PROBENMENGEN
SCHWINGMØHLE MM 400
14 – 17



DIE KLASSIKER FÜR DIE FEINVERMAHLUNG
PLANETEN-KUGELMØHLEN
18 – 19



SCHNELLER – FEINER - KÜHLER
HOCHLEISTUNGS-KUGELMØHLE Emax
20 – 21



INTAKTE KRISTALLSTRUKTUR
XRD-MØHLE MCCRONE
22



FÜR GROSSE MENGEN
TROMMELMØHLE TM 300
23

Auf www.retsch.de/downloads finden Sie eine Aufnahme des WEBINARS "PRAXISTIPPS FÜR DIE EFFIZIENTE VERMAHLUNG IN LABORKUGELMØHLEN" oder laden Sie das White Paper zum Thema herunter.

MECHANOCHEMIE IN KUGELMÜHLEN

Im Einklang mit der wachsenden Bedeutung von Nachhaltigkeit und grüner Chemie bietet die Mechanochemie schnelle Reaktionen ohne den Einsatz von Lösemitteln. Die Massenproduktivität übertrifft dabei häufig die der lösemittelbasierten Reaktionen, mit dem weiteren Vorteil der einfacheren Handhabung des Prozesses. Die Mechanochemie kann in der Zukunft zu einem wichtigen Eckpunkt in der Entwicklung nachhaltiger Prozesse werden.

In der Chemie werden Reaktionen häufig nach der Art der Energiezufuhr klassifiziert. Die bekannteste Art ist die thermische Reaktion (Energieförderer Wärme), gefolgt von der elektrochemischen (Energieförderer elektrischer Strom) und der photochemischen Reaktion (Energieförderer optische Wellen). Eine weniger bekannte Reaktionsart ist die Mechanochemie, bei der die notwendige Energie über Prall und Reibung (bzw. Scherkräfte) in das Reaktionssystem eingebracht wird. Im 21. Jahrhundert wuchs das allgemeine Bewusstsein bezüglich chemischer Reaktionen und deren Auswirkungen auf die Umwelt, so dass Chemiker damit begannen, den Einsatz von Lösemitteln zu reduzieren oder ganz zu vermeiden. Dadurch gewann die Mechanochemie in Bereichen der organischen Chemie an Bedeutung und es wurde schnell klar, dass Reaktionen wie C-C-Kupplungen, Oxidationen, Reduktionen oder perizyklische Reaktionen in Kugelmühlen übertragen werden können. Anders als die ursprünglich verwendeten Mörser bieten Kugelmühlen die Möglichkeit zur präzisen Kontrolle der Reaktionsbedingungen, verschiedene Arten von Energieeintrag und die Verwendung geschlossener Reaktionsgefäße. **Typisch für diese Anwendungen sind Planeten-Kugelmühlen und Schwingmühlen mit Mahlbechergrößen zwischen 2 ml und 500 ml.** Die Größe der Mahlkugeln ist von essenzieller Bedeutung, denn die Kugeln selbst initiieren die Reaktion und müssen frische Oberflächen schaffen, indem sie die bereits reaktierten Flächen von den Edukten abtragen. Sind die Kugeln jedoch zu klein, ist der Energieeintrag zu gering und die Kugeln tendieren zudem zum Agglomerieren. Sind die Kugeln zu

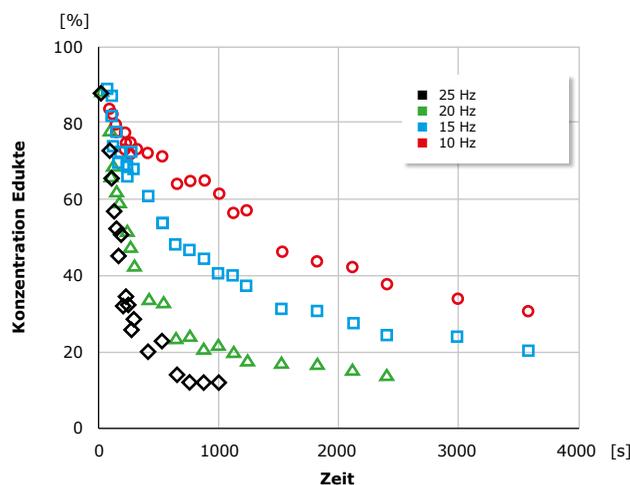
groß, werden die Reaktionen zwar initiiert, es kommt jedoch eher zu einer zu geringen Anzahl an Reaktionskollisionen und die reaktierten Flächen werden nur unzureichend vom Edukt abgetragen, somit ist die Reaktionsrate ebenfalls gering. Geeignete Kugelgrößen liegen daher zwischen 5 - 15 mm Durchmesser. Das Material des Mahlbechers und der Mahlkugeln ist ebenfalls von entscheidender Bedeutung für mechanochemische Reaktionen. Der Werkstoff, z. B. Zirkonoxid oder rostfreier Stahl, muss resistent gegen chemische Reaktionen sein, gleichzeitig aber stabil genug, um nicht zu sehr durch Abrieb abgenutzt zu werden.

WIE FUNKTIONIERT MECHANOCHEMIE?

In der Mechanochemie scheint die Art des Energieeintrags eine entscheidende Rolle zu spielen. In Planeten-Kugelmühlen wirken vor allem Scherkräfte, in Schwingmühlen dagegen dominieren Pralleffekte. Neben der Wahl der am besten geeigneten Mühle für eine bestimmte chemische Reaktion mussten Chemiker auch die Parameter der klassischen chemischen Reaktionen re-evaluieren, so zum Beispiel die Konzentrationen der Edukte und die Temperatur, denn diese haben im lösungsmittelfreien System andere Einflüsse auf die Reaktionen. Die Gruppe um James Stuart [1] hat diesbezüglich interessante Effekte beschrieben, unter anderem, dass die Temperatur im Gegensatz zur Frequenz der Schwingmühle keinen Einfluss auf die Reaktionsrate hat (Abbildung 1)

[1] Ma, X., Yuan, W., Bell, S. E., & James, S. L. (2014). Better understanding of mechanochemical reactions: Raman monitoring reveals surprisingly simple 'pseudo-fluid' model for a ball milling reaction. *Chemical Communications*, 50(13), 1585-1587.

Abb. 1: Die Reaktionsrate in der Schwingmühle MM 400 ist dargestellt als nicht-reagierende Edukte gegen die Zeit bei unterschiedlichem Energieeintrag mit 10 bis 25 Hz. Mit steigender Frequenz nehmen auch die Reaktionsrate und Ausbeute zu.



Autor: Dr. Sven Grätz, wissenschaftlich Mitarbeiter, Ruhr Universität Bochum, Fakultät für Chemie und Biochemie, Lehrstuhl für Anorganische Chemie I, AG Prof. Borchardt

DIE PERFEKTE KUGELMÜHLE FÜR JEDE ANWENDUNG

RETSCH bietet das umfangreichste Kugelmühlenprogramm weltweit an, welches dem Anwender größte Flexibilität ermöglicht. Das Angebot umfasst Schwingmühlen, Planeten-Kugelmühlen, Hochleistungs-Kugelmühlen, XRD-Mühlen und Trommelmühlen. Während die Schwingmühlen für Trocken-, Nass- und Kryogenvermahlungen sowie für das Homogenisieren kleiner Probenmengen eingesetzt werden, erfüllen die Planeten-Kugelmühlen alle Anforderungen für die schnelle und reproduzierbare Zerkleinerung bis in den Nanometerbereich sowie

für das mechanische Legieren. Die Hochleistungs-Kugelmühle Emax produziert in kürzester Zeit Endfeinheiten im Nanometerbereich und ist außerdem hervorragend für Kolloidvermahlungen und mechanochemische Anwendungen geeignet. Die XRD-Mühle bewahrt die Kristallstruktur der Probe für die nachfolgende XRD Analytik. Die Trommelmühle TM 300 kann als Kugel- oder Stabmühle für die Feinzerkleinerung von Feststoffen mit Prall und Reibung eingesetzt werden. Egal, welche Zerkleinerungsaufgabe – **RETSCH hat die passende Kugelmühle für Ihre Anforderungen!**

DAS BREITESTE KUGELMÜHLENPROGRAMM WELTWEIT	Schwingmühle MM 200	Schwingmühle MM 400	Schwingmühle MM 500
			
Max. Probenmenge	2 x 10 ml	2 x 20 ml	2 x 45 ml
Verfügbare Werkstoffe bei Mahlwerkzeugen	6	6	4
Trockenvermahlung	✓	✓	✓
Nassvermahlung	-	●	✓
Kryogenvermahlung	-	✓	✓
Nanovermahlung	-	-	✓
Bead Beating	✓	✓	-
Mechanochemische Prozesse	-	✓	✓
Kontinuierliche Vermahlung (mit 5°C kaltem Wasser)	-	-	-
Kontinuierliche Vermahlung (bei -196°C mit LN₂)	-	-	-
High-Impact Vermahlung (mit 1 großen Kugel)	✓	✓	✓
Dauer Nanovermahlung	-	-	schnell
Langzeitvermahlung (kontinuierlich)	-	-	✓ ✓
Schonende Vermahlung mit niedrigem Energieeintrag	-	-	-
Bewahrung der Kristallstruktur	●	●	●
Becher druckdicht bis < 5 bar	-	●	✓
Becher mit integriertem Sicherheitsverschluss	-	-	✓
Becher bleiben zur zwischenzeitlichen Probenentnahme in der Mühle eingespannt	-	-	✓
Legende: ✓ Geeignet - Nicht geeignet ● Bedingt geeignet		siehe Seite 14	siehe Seite 6

- ✓ **TROCKENVERMAHLUNG**
- ✓ **NASSVERMAHLUNG**
- ✓ **KRYOGENVERMAHLUNG**
- ✓ **NANOVERMAHLUNG**
- ✓ **BEAD BEATING**
- ✓ **MECHANOCHEMIE**
- ✓ **MISCHEN**

CryoMill	Planeten-Kugelmühen PM 100/200/400	Hochleistungs- Kugelmühle Emax	XRD-Mühle McCrone	Trommelmühle TM 300
				
1 x 20 ml	1 x 220 ml / 2 x 50 ml / 4 x 220 ml	2 x 45 ml	1 x 4 ml	1 x 20 l
4	7	3	3	2
✓	✓	✓	✓	✓
✓	✓	✓	✓	✓
✓	●	-	-	-
-	✓	✓	-	-
-	-	-	-	-
-	✓	✓	-	-
-	-	✓	-	-
✓	-	-	-	-
✓	-	-	-	-
-	moderat	sehr schnell	-	-
-	✓	✓	✓	✓
-	-	✓	✓	✓
-	✓	-	✓	✓
●	-	-	✓	-
●	●	✓	-	-
-	-	✓	-	-
-	-	-	-	-
siehe Seite 10	siehe Seite 18	siehe Seite 20	siehe Seite 22	siehe Seite 23

KUGELMÜHLENTECHNIK NEU DEFINIERT

SCHWINGMÜHLE MM 500

NEU

- ✓ **TROCKENVERMAHLUNG**
- ✓ **NASSVERMAHLUNG**
- ✓ **KRYOGENVERMAHLUNG**
- ✓ **NANOVERMAHLUNG**
- ✓ **MECHANOCHEMIE**
- ✓ **MISCHEN**

DIE LEISTUNG EINER PLANETEN-KUGELMÜHLE MIT DEM KOMFORT EINER SCHWINGMÜHLE

Mit der neuen Schwingmühle MM 500 hat RETSCH die perfekte Kombination aus einer klassischen Schwingmühle und einer Planeten-Kugelmühle entwickelt. Dank der Schwingfrequenz von 35 Hz ist die MM 500 die erste Schwingmühle im Markt, die über ausreichend Energieeintrag verfügt, um Endfeinheiten im Nanometerbereich ohne Kühlpausen zu erzielen.

Für die Langzeitvermahlung mit hohem Energieeintrag zur Generierung von Partikelgrößen $<1 \mu\text{m}$, z. B. für das

mechanische Legieren oder chemische Reaktionen, waren bislang Planeten-Kugelmühlen die erste Wahl. Trotz ihrer Vorzüge für diese Art der Anwendung haben sie den Nachteil, dass während der Vermahlung Kühlpausen eingelegt werden müssen; zudem ist die Handhabung nicht so einfach wie bei Schwingmühlen. Diese Lücke wird jetzt mit der MM 500 geschlossen. Mit Mahlbechervolumina bis 125 ml und der Eignung für Langzeitvermahlungen bis 99 Stunden ist sie eine echte Alternative zur Planeten-Kugelmühle, jedoch mit komfortablerer Bedienung und weniger Wärmeentwicklung.

PRALL ODER REIBUNG – AUF DIE KUGELN KOMMT ES AN

Bei der MM 500 bestimmt die Anzahl und Größe der eingesetzten Mahlkugeln den vorherrschenden Zerkleinerungsmechanismus: eine große, schwere Kugel verstärkt die Prallwirkung (High-Impact Modus), d. h. die Kugel prallt mit ihrer großen Masse auf die gerundeten Enden des Mahlbeckers. Dieser Mechanismus ist optimal für die schnelle Pulverisierung von Proben geeignet, die nicht auf die kleinstmögliche Endfeinheit vermahlen werden müssen. Auch bei größeren Aufgabegrößen ist der Prallmodus vorteilhaft, da die Mahlkugel grundsätzlich dreimal so groß sein muss wie das größte Partikel in der Probe. Nicht zuletzt ist die einfache Handhabung mit nur einer Mahlkugel ebenfalls ein Vorteil. Dieser High-Impact Modus

ist nur in Schwingmühlen möglich und wird bei der MM 500 durch die hohe Schwingfrequenz von 35 Hz (2100 min^{-1}) noch verstärkt.

Setzt man mehrere Mahlkugeln von kleinerem Durchmesser ein, entsteht zwischen Kugeln, Becherwänden und Probenmaterial intensive Reibung. Dieser High-Friction Modus generiert sehr feine Partikel und ist typisch für Planeten-Kugelmühlen. Er ist besonders effektiv bei der Zerkleinerung faseriger Materialien. In der Schwingmühle führt der Reibungseffekt zu deutlich weniger Erwärmung als in Planeten-Kugelmühlen, was sich auf die horizontale Becherbewegung zurückführen lässt.

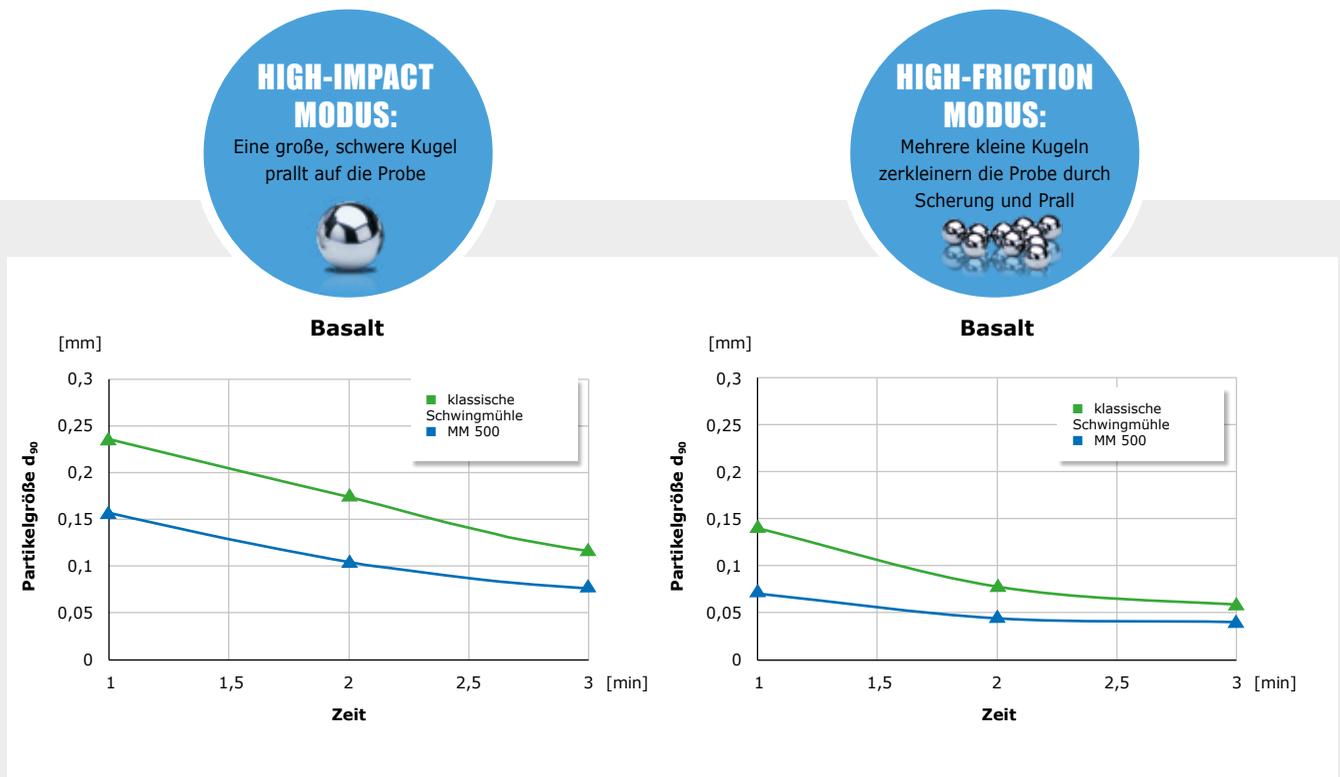


Abb. 1: Vermahlung von Basalt in der MM 500 und einer klassischen Schwingmühle mit unterschiedlichen Zerkleinerungsmechanismen.

Links: High-Impact Modus mit einer großen, schweren Kugel. Der höhere Energieeintrag der MM 500 von 35 Hz ermöglicht ein 1,5 Mal feineres Mahlergebnis im Vergleich zur Schwingmühle mit 30 Hz. Der High-Impact Modus liefert bei Einsatz des 80 ml Bechers ähnliche Ergebnisse, nicht jedoch im 125 ml Becher. Hier hat die einzelne Kugel zu viel Bewegungsfreiheit und prallt nicht häufig genug auf die Probe.

Rechts: Der High-Friction Modus produziert mit mehreren kleinen Kugeln feinere Ergebnisse und das bei allen 3 Mahlbechergößen. Auch hier führen die 35 Hz zu einer besseren Endfeinheit als die 30 Hz.

NANO-ZERKLEINERUNG OHNE KÜHLPAUSEN

Die MM 500 erfüllt mit der schnellen Trocken-, Nass- oder Kryogenvermahlung harter, spröder und elastischer Proben alle Anforderungen an eine klassische Schwingmühle. Mit ihrer Eignung für neue Anwendungen, die bislang nicht in Schwingmühlen durchgeführt werden konnten, bietet sie einen klaren Vorteil gegenüber anderen Modellen. Dazu gehören die Kolloidvermahlung von Proben bis auf <100 nm, aber auch das mechanische Legieren und mechanochemische Prozesse.

Wenn Proben über einen längeren Zeitraum vermahlen werden, um Partikelgrößen im Nanometerbereich zu erzielen, ermöglicht die MM 500 eine deutliche Zeitersparnis, da sie ohne Kühlpausen betrieben werden kann. Dies ist ein klarer Vorteil gegenüber Hochenergie-Kugelmühlen, die aufgrund von Wärmeentwicklung bei der Vermahlung regelmäßige Unterbrechungen erforderlich machen.

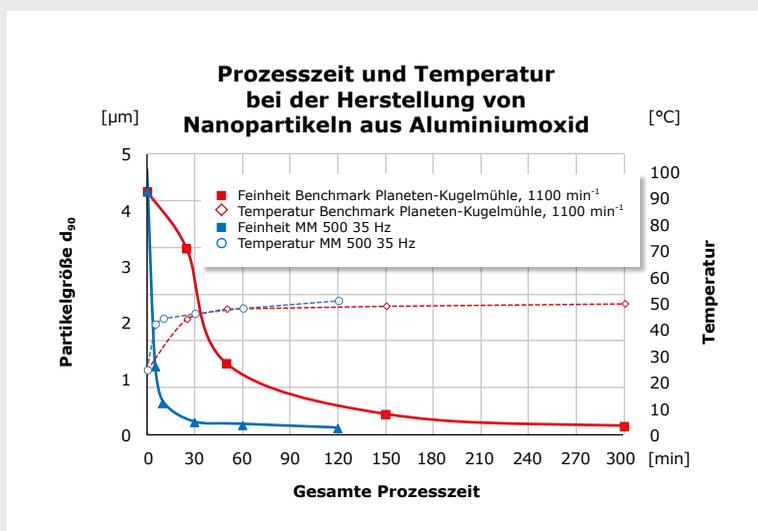


Abb. 2 zeigt die Entwicklung der Partikelgröße und Temperatur während einer Nassvermahlung. Die MM 500 lief ohne Kühlpausen, so dass die Gesamtdauer der Nettomahldauer entspricht. Die MM 500 generierte Partikelgrößen von 0,14 µm innerhalb von 2 Stunden Nettomahldauer, wohingegen die Benchmark Planeten-Kugelmühle nach 5 Stunden Gesamtmahldauer mit Kühlpausen (1 Std. Nettomahldauer) eine Endfeinheit von 0,18 µm erzielte.



Abb. 3: Die innovativen Screw-Lock Mahlbecher sind einfach in der Handhabung und lassen sich in Sekundenschnelle verspannen. Sie können für die Probenentnahme oder Sichtprüfungen in der Verspannung verbleiben.

BEDIENKOMFORT 2.0

Die MM 500 bietet ein Höchstmaß an Bedienerfreundlichkeit. Bis zu 12 Programme lassen sich über das große 4,3 Zoll Touchdisplay abspeichern. Mahlprozesse von mehr als 8 Stunden können mithilfe von Programmzyklen durchgeführt werden, d. h. zwei Parametersätze werden kombiniert und bis zu 99 Mal wiederholt, was die Gesamtprozessdauer auf 99 Stunden erhöht. 4 solcher Programmzyklen können gespeichert werden.

Die neue, optionale RETSCH App ermöglicht dem Anwender die Steuerung der Mühle über Smartphone oder Tablet, das Erstellen von Anwendungsroutinen, Zugang zur RETSCH Applikationsdatenbank sowie direkten Kontakt zum RETSCH Serviceteam.

BEISPIEL: KRYOGENVERMAHLUNG VON GUMMI



8 MM AUSGANGSGRÖSSE



0,7 MM ENDFEINHEIT

Bei der Kryogenvermahlung wird die Probe mit Flüssigstickstoff versprödet, um ihre Brucheigenschaften zu verbessern. Die MM 500 liefert hier bessere Endfeinheiten im Vergleich zur klassischen Schwingmühle mit 30 Hz. Ein weiterer Vorteil der MM 500 sind die größeren Mahlbechervolumina.

Beispiel: Kryogenvermahlung von Gummigranulat (8 mm Aufgabegröße) in der MM 500. Nach 8 min Mahldauer mit Zwischenkühlung alle 2 min liegt das Mahlergebnis bei 0,7 mm. Das ist ein 40% feineres Ergebnis als die Schwingmühle mit 30 Hz erreicht.

NEUE SCREW-LOCK MAHLBECHER ERLAUBEN VOLLE AUSNUTZUNG DES VOLUMENS

Das Design der Screw-Lock Becher erlaubt die volle Ausnutzung des Volumens (Abb. 4), anders als bei Mahlbechern klassischer Schwingmühlen, wo der

Deckel Teil des Nutzvolumens ist (Abb. 5). Die für Nassvermahlungen erforderliche 60% Befüllung mit Kugeln plus Probe, plus Flüssigkeit lässt sich kaum

umsetzen. Auch bei faserigen Proben ist es für den Anwender deutlich einfacher, den Screw-Lock Mahlbecher zu befüllen.



- 4 FLACHER DECKEL, 0% VOLUMEN; 100% VOLUMEN IM BECHER**
 - "Genug" faserige Probe einfüllen ✓
 - 60 % Kugeln für Nassvermahlung + Probe + Flüssigkeit ✓
- 5 33% VOLUMEN IM DECKEL; 67% VOLUMEN IM BECHER**
 - Faserige Probe quillt heraus
 - 60 % Kugeln für Nassvermahlung + Probe + Flüssigkeit **x nicht möglich**



Abb. 6: Die Screw-Lock Mahlbecher sind in vier Werkstoffen erhältlich

SCREW-LOCK MAHLBECHER				
Volumen [ml]	Rostfreier Stahl	Gehärteter Stahl	Zirkonoxid	Wolframcarbid
50	✓	✓	✓	✓
80	✓	✓	✓	✓
125	✓	✓	✓	

AUF EINEN BLICK



Die neue MM 500 ist die perfekte Kombination aus klassischer Schwingmühle und Planeten-Kugelmühle. Sie liefert hervorragende Mahlergebnisse schon nach wenigen Minuten, ist aber auch leistungsstark und robust genug, Langzeitvermahlungen bis in den Nanometerbereich oder mechanische Legierungsprozesse durchzuführen. Ein weiterer Vorteil ist die sehr unkomplizierte und sichere Bedienung der Mühle.

EISKALT ZERKLEINERN

CRYOMILL

- ✓ **KRYOGENVERMAHLUNG**
- ✓ **TROCKENVERMAHLUNG**
- ✓ **NASSVERMAHLUNG**
- ✓ **BEAD BEATING**
- ✓ **MISCHEN**

Nicht alle Probenmaterialien lassen sich bei Raumtemperatur zerkleinern. Für duktile und elastische Proben sowie für solche mit leichtflüchtigen Bestandteilen ist die Kryogenvermahlung der einzige Weg, die

für die nachfolgende Analytik erforderlichen Endfeinheiten zu erreichen. Eine Kühlung mit Flüssigstickstoff auf -196 °C versprödet die Probe und lässt sie leichter brechen. Zudem lassen sich durch die Kühlung

vor und während des Mahlprozesses leichtflüchtige Substanzen erhalten und thermisch bedingte Zersetzung verhindern. Mit der RETSCH CryoMill lassen sich solche Proben sicher und effizient pulverisieren.

HOHE BEDIENERSICHERHEIT DANK AUTOFILLSYSTEM

Die Bedienung der CryoMill ist äußerst sicher, da der Anwender zu keinem Zeitpunkt mit dem Flüssigstickstoff in Kontakt kommt. Die LN₂ Versorgung durch das integrierte Autofillsystem wird von einem Temperatursensor überwacht, so dass der Flüssigstickstoff immer genau in der Menge zur Verfügung gestellt wird, die für eine Temperaturkonstanz von -196 °C erforderlich ist. Das auto-

matische Kühlsystem stellt sicher, dass der Mahlprozess erst beginnt, wenn die Probe vollständig durchgekühlt ist – das reduziert den Verbrauch von LN₂ und garantiert reproduzierbare Mahlergebnisse. Mit einer Schwingfrequenz von 30 Hz pulverisiert die CryoMill eine Vielzahl von Materialien sehr effektiv innerhalb weniger Minuten.

Zur bestmöglichen Anpassung des Mahlprozesses an die Probeneigenschaften lassen sich Vorkühlzeit, Mahldauer und Pausen frei programmieren. Während des Vorkühlens bzw. der Intervalle wird der Mahlbecher mit 5 Hz bewegt, damit die Mahlkugel in Bewegung bleibt und nicht im feuchten Probenmaterial festfriert.

ANWENDUNGSBEISPIELE CRYOMILL

Probe	Mahlbechergröße	Mahlkugelgröße	Material	Probenmenge	Mahldauer	Endfeinheit
Gummi	50 ml	1x25 mm	rostfreier Stahl	6 g	2 min	< 400 µm
Textil	50 ml	1x25 mm	rostfreier Stahl	2 g	4 min	< 500 µm
Haare	25 ml	6x10 mm	rostfreier Stahl	1 g	4 min	< 200 µm
PET Granulat	50 ml	1x25 mm	rostfreier Stahl	3 g	4 min	< 300 µm

BEISPIEL: KRYOGENVERMAHLUNG VON PVC

Diethylhexylphthalat (DEHP) ist ein weit verbreiteter Weichmacher, der in Polyvinylchlorid (PVC) eingesetzt wird. PVC findet sich z.B. in Kabelummantelungen oder Vinylböden. In Kinderspielzeug hingegen ist der Einsatz von PVC verboten, da es als krebserregend eingestuft wird. Viele Produkte, die DEHP oder andere problematische Weichmacher enthalten könnten, müssen daher analysiert und überprüft werden. Vor einer Analyse ist eine ein- oder zweistufige Probenvorbereitung erforderlich, je nach Probengröße kann es sinnvoll sein, die Probe zunächst vorzuschneiden.

Größere PVC Probenstücke lassen sich in der Schneidmühle SM 300 mit einem 6-Scheiben-Rotor oder Parallelschnittrotor und einem 6 mm Bodensieb vorzerkleinern. Das hierbei entstehende Granulat kann dann in der CryoMill weiter pulverisiert werden. Am besten geeignet für die Vermahlung von 6 g Plastikmaterial ist in der Regel der 50 ml Stahlmahlbecher mit einer 25 mm Mahlkugel aus Stahl. Nach der automatischen Vorkühlung wird die Probe in 9 x 3 min auf eine Endfeinheit von $d_{90} = 200 \mu\text{m}$ gebracht.



1 PVC PROBE



2 VORZERKLEINERUNG IN DER SCHNEIDMÜHLE SM 300



3 PULVERISIERUNG IN DER CRYOMILL AUF 200 µm

DIE RICHTIGE BECHERBEFÜLLUNG UND KUGELGRÖSSE FÜR EINE ERFOLGREICHE VERMAHLUNG ERMITTELN

Vor der eigentlichen Zerkleinerung einer Probe in einer Kugelmühle sind einige Überlegungen erforderlich, um eine erfolgreiche Vermahlung zu gewährleisten. Zunächst ist zu klären, welche Aufgabekörnung (maximale Partikelgröße) vorliegt und welche Endfeinheit erreicht werden soll. Danach richtet sich die Auswahl des Mahlverfahrens bzw. ob in mehreren Stufen gearbeitet werden muss.

TROCKENVERMAHLUNG

Diese Methode basiert auf den Mahlprinzipien Prall und Reibung und wird meist zur **Erzeugung von mittleren Feinheiten bis in den zweistelligen Mikrometer-Bereich** genutzt. Für die Erzeugung von Prall benötigen die Kugeln ausreichend Platz, um sich im Mahlbecher zu bewegen. Daraus resultiert eine Becherbefüllung von **1/3 Mahlkugeln, 1/3 Probe und 1/3 Freiraum**. Dieser Raum wird sowohl für die Kugelbewegung als auch für eine mögliche Probenexpansion benötigt.

Sonderfall: Trockenvermahlung von faserigen Proben

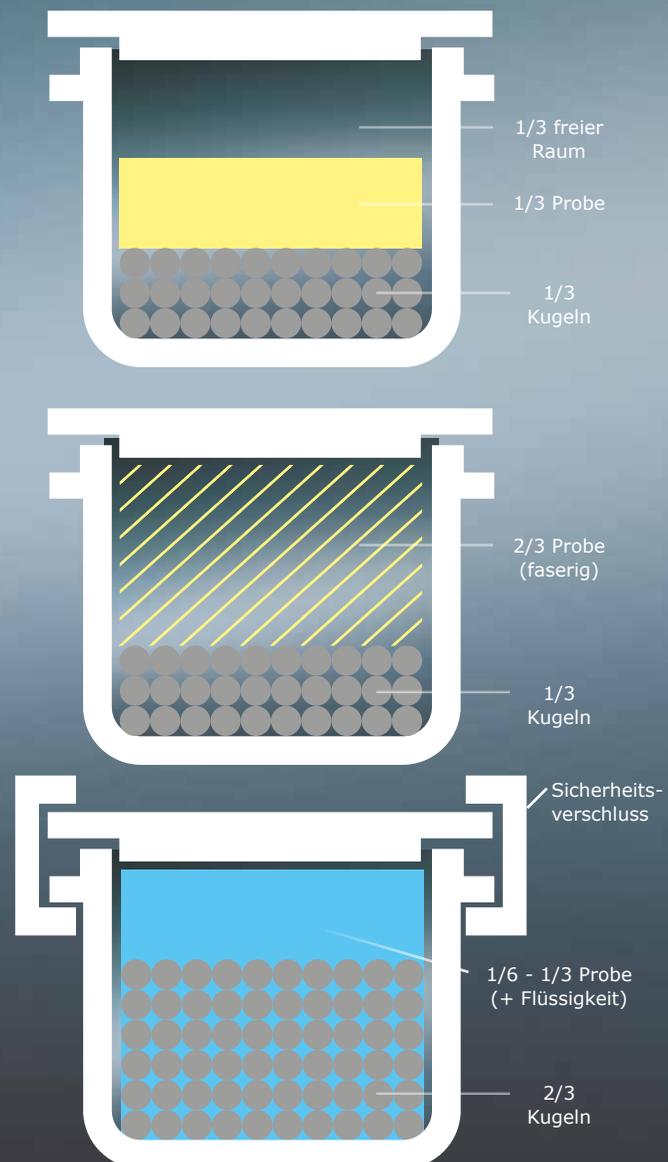
Faserige Proben neigen zur Volumenreduktion während des Mahlprozesses. Daher sollte der Mahlbecher zu **1/3 mit Kugeln befüllt und bis zum Rand mit Probe aufgefüllt werden**. Eventuell muss während der Vermahlung weiteres Probenmaterial zugeführt werden, damit ein Drittel des Bechers mit Probe befüllt bleibt.

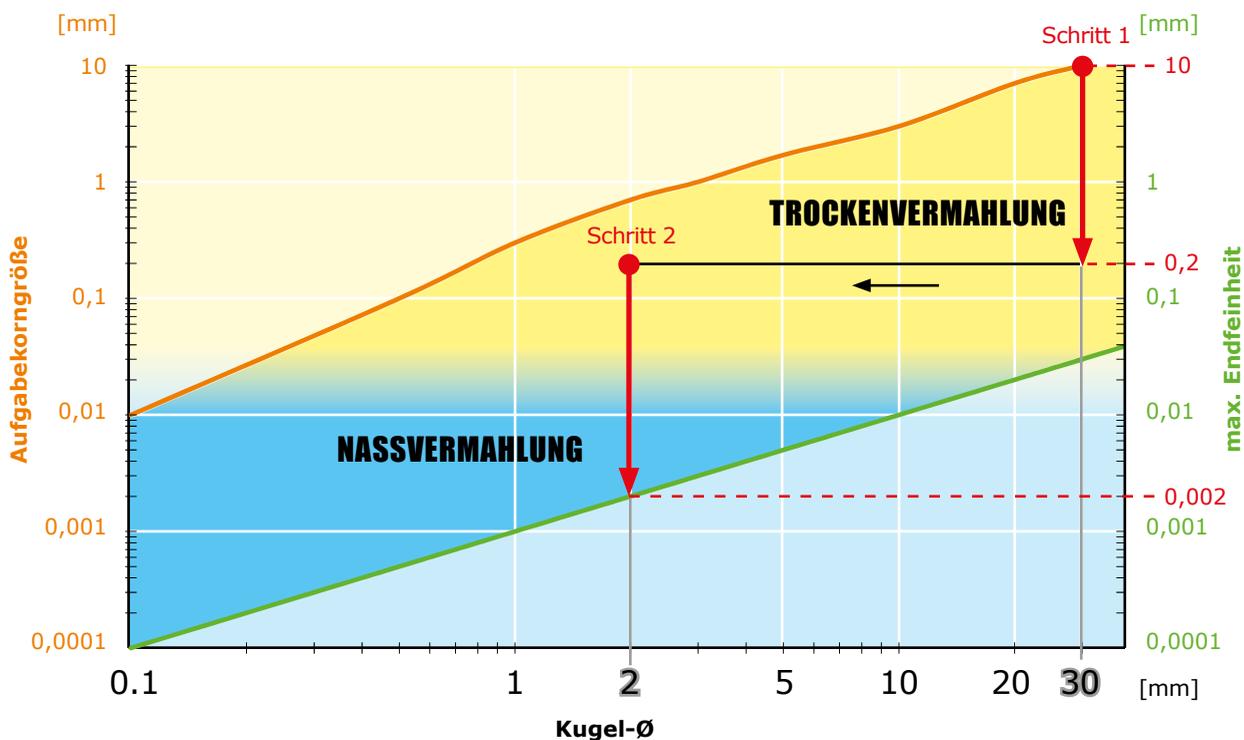
NASSVERMAHLUNG

Die Nassvermahlung ist i.d.R. eine vor allem auf Reibung basierende hochenergetische Zerkleinerung, die zur Erzeugung von sehr kleinen Partikeln genutzt wird. Da die Kugeln nicht mehr frei im Becher fliegen müssen und eine größere Mahloberfläche eine schnellere Zerkleinerung erlaubt, wird hier das Volumen der Kugeln auf 60% des Bechervolumens erhöht. Diese hochenergetischen Mahlprozesse dauern oft mehrere Stunden und lassen sich am besten mit keramischen Mahlwerkzeugen, z. B. aus ZrO_2 oder Si_3N_4 , durchführen, da diese am verschleißbeständigsten sind.

Je nach Expansionsvermögen der Probe kann das **Probenvolumen zwischen 1/6 und 1/3** variieren. Schließlich wird so viel Flüssigkeit zugegeben, dass die gesamte Mischung eine motoröl-ähnliche Viskosität aufweist. Gegebenenfalls muss zwischenzeitlich Flüssigkeit nachgefüllt werden.

Die Auswahl der Dispergierflüssigkeit richtet sich nach den physikalischen Eigenschaften der Probe. Materialien mit eher polaren Eigenschaften, wie z. B. Minerale, werden in Wasser, Ethanol oder Isopropanol gemahlen. Unpolare Materialien (organische Verbindungen) können am besten in unpolaren Lösemitteln wie z.B. Petrolether oder Heptan zerkleinert werden.





ERMITTLUNG DER PASSENDEN KUGELGRÖSSE

In diesem Beispiel soll eine Probe mit einer Ausgangskorngröße von 10 mm zerkleinert werden. Gemäß der **Regel, dass die zu wählende Kugelgröße 3 Mal größer sein muss als das größte Partikel**, wird dafür eine 30 mm Kugel benutzt. Mit Kugeln dieser Größe lässt sich eine Feinheit von ungefähr 30 µm erreichen. Je nach Materialeigenschaften kann die Trocken- oder Nassmahlung am besten geeignet sein. Wenn eine höhere Feinheit als 30 µm erzielt werden soll, in diesem Fall 2 µm, muss die Vermahlung in zwei Schritten erfolgen. Zunächst wird die Probe trocken mit einer Ø 30 mm Mahlkugel auf 200 µm zerkleinert. Die weitere Reduktion auf 2 µm erfolgt anschließend als Nassvermahlung mit 2 mm Kugeln.

Auf www.retsch.de/kugelfuellung finden Sie eine Übersicht über die empfohlenen Kugelfüllungen für alle RETSCH Kugelmöhlen.

MEHR TIPPS & TRICKS

KORRELATION DICHTHEIT UND ENERGIEEINTRAG

Der Energieeintrag einer Mahlkugel hängt von ihrer Dichte ab. Sehr dichte Werkstoffe wie Wolframcarbid (WC) setzen deutlich mehr Energie frei als leichtere Materialien wie zum Beispiel PTFE.



AUSWAHL MAHLBECHER UND -KUGELN

Um Verschleiß und Abrieb zu minimieren, immer Becher und Kugeln aus demselben Material benutzen und niemals Kugelgrößen mischen.



DAS MULTITALENT FÜR KLEINE PROBENMENGEN

SCHWINGMÜHLE

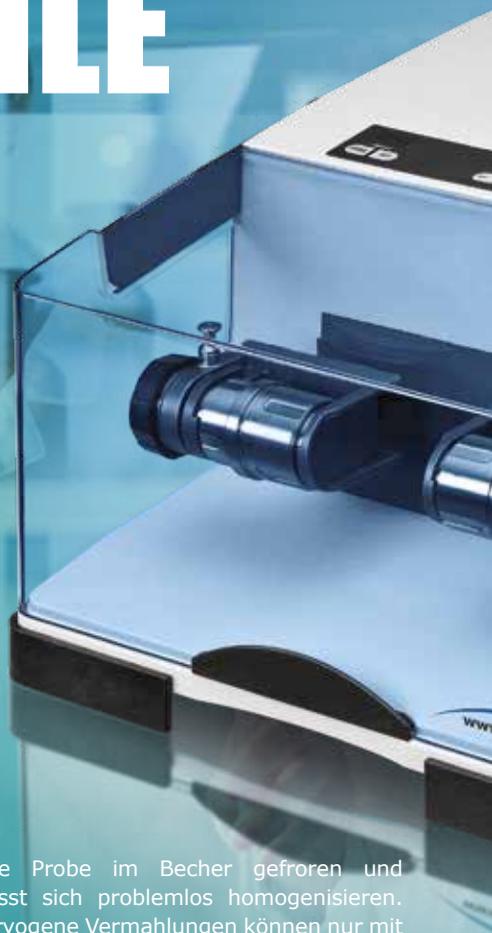
MM 400

- ✓ **TROCKENVERMAHLUNG**
- ✓ **NASSVERMAHLUNG**
- ✓ **KRYOGENVERMAHLUNG**
- ✓ **BEAD BEATING**
- ✓ **MISCHEN**

Die Schwingmühle MM 400, und das Basismodell MM 200, sind bewährte Alleskönner wenn es um das Zerkleinern, Mischen und Homogenisieren kleiner Probenvolumina bis 2 x 20 ml geht. Die Bandbreite der Probenmaterialien ist enorm und beinhaltet Erz, Knochen, Gewebe, Haare, Pflanzen, Holz, Boden, Kunststoff, Minerale, Pharmazeutika und Chemikalien, um nur einige zu nennen. Hart-spröde Materialien wie Stein pulverisiert die MM 400 innerhalb

weniger Minuten auf Endfeinheiten bis 100 µm und darunter. Üblicherweise wird für die schnelle Pulverisierung eine große Mahlkugel verwendet (High-Impact Modus). Zähne Proben wie z. B. Kunststoff müssen vor der Zerkleinerung indirekt in Flüssigstickstoff versprödet werden, um das Bruchverhalten zu verbessern. Dafür werden Mahlkugel und Probe im Mahlbecher fest verschlossen und dieser wird in ein Flüssigstickstoffbad getaucht. Sobald das LN₂ nicht mehr brodelte, ist

die Probe im Becher gefroren und lässt sich problemlos homogenisieren. Kryogene Vermahlungen können nur mit Mahlwerkzeugen aus Stahl durchgeführt werden. Die MM 400 ist außerdem bestens geeignet, um faserige Proben wie Haare oder Pflanzen aufzubereiten, in der Regel mithilfe mehrerer kleiner Mahlkugeln, um genug Reibung zu erzeugen. Die MM 200, MM 400 und MM 500 arbeiten nach demselben Funktionsprinzip.



APPLIKATIONSBEISPIELE MM 400

Probe	Mahlbechergröße	Mahlkugelgröße	Material	Probenmenge	Mahldauer	Endfeinheit
Boden	35 ml	10 x 10 mm	Zirkonoxid	10 g	7 min	< 20 µm
Holz	50 ml	4 x 15 mm	rostfreier Stahl	4 g	4 min	< 200 µm
Kapsel m. flüssigem Inhalt	50 ml	1 x 25 mm	rostfreier Stahl; CryoKit	5 Stck.	1 min	< 300 µm
Chromoxid	25 ml	1 x 15 mm	Wolframcarbid	15 g	4 min	< 80 µm
Zement	35 ml	1 x 20 mm	Zirkonoxid	15 g	30 s	< 500 µm
Glas	25 ml	4 x 12 mm	Wolframcarbid	10 g	4 min	< 50 µm
Epoxidextrudat	50 ml	1 x 25 mm	rostfreier Stahl; CryoKit	5 g	12 min	< 200 µm
Zahn	25 ml	1 x 15 mm	Zirkonoxid	1 Stck.	3 min	< 100 µm
Haare	25 ml	6 x 10 mm	rostfreier Stahl	1 g	3 min	< 100 µm



**KAPSELN MIT FLÜSSIGKEIT
(KRYO-VERMAHLUNG)**



ENDFEINHEIT < 300 µM



HAARE



ENDFEINHEIT < 100 µM

GROSSE VIELSEITIGKEIT DANK UMFANGREICHEM ZUBEHÖR

Verschiedene Mahlbechergößen und -werkstoffe machen die Schwingmühlen zu vielseitig einsetzbaren Geräten. Becher aus rostfreiem Stahl sind in Größen von 1,5 ml bis 25 ml (MM 200) bzw. bis 50 ml (MM 400) erhältlich, so dass eine flexible Anpassung an die jeweilige Probenmenge möglich ist (siehe Seite 12 - 13). Wenn eine analysenneutrale Probenvorbereitung gefordert ist, werden bevorzugt Werkstoffe wie Wolframcarbid, Zirkonoxid oder Achat eingesetzt. Für eine effiziente Vermahlung ist es wichtig, dass der Werkstoff des Mahlwerkzeugs härter ist als die Probe (siehe Tabelle).

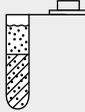
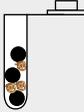
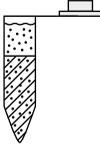
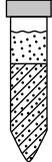
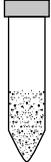


MATERIALIEN MAHLWERKZEUGE MM 400

Material	Dichte	Härte	Abriebfestigkeit	Anwendung
Gehärteter / rostfreier Stahl	7,6-7,7 g/cm ³	≤ 245-250 HB	mittel	Für mittelharte, harte und spröde Proben.
Wolframcarbid	14,8 g/cm ³	93,6 HRA	hoch	Für sehr harte, spröde Proben.
Achat	2,65 g/cm ³	6,5-7 Mohs	niedrig	Für weiche bis mittelharte und faserige Proben. Achat ist ein hochreines Naturprodukt, das aufgrund seiner niedrigen Dichte für die schonende Vermahlung mit niedrigem Energieeintrag geeignet ist.
Zirkonoxid	6,05 g/cm ³	1250 HV	hoch	Für mittelharte, harte und faserige Proben. Geeignet für schwermetallfreie Vermahlungen, Feinstvermahlungen und wenn sich die Probe nicht verfärben darf.

LÖSUNGEN FÜR BIOLOGISCHE ANWENDUNGEN

VERFÜGBARE REAKTIONSGEFÄSSE, FLASCHEN UND RÖHRCHEN FÜR MM 400

	Zellaufschluss für DNA/RNA/ Proteine/ Metabolite	Kryogenvermah- lung weicher Proben (Gewebe, Pflanzen, Zellpellets, Insekten)	Trocken- und Nassvermahlung weicher Proben (Gewebe, Insekten)	Trockenver- mahlung harter Proben (Quarzsand)	Extraktion von Pestiziden aus Lebensmit- teln/Pflanzen (QuEChERS)	Mischen von Pul- ver und Wachs für die Herstel- lung von Pellets für RFA
1,5 oder 2 ml Safe-lock Reakti- onsgefäße max. 2 x 10						
5 ml Safe-lock Reaktionsgefäße max. 2 x 5						
30 ml Weithalsflaschen max. 2 x 4						
50 ml Konische Zentrifugenröhr- chen max. 2 x 4						

➔ ZELLAUFSCHLUSS VON HEFE, MIKROALGEN UND BAKTERIEN (BEAD BEATING)

Der Zellaufschluss durch Scherkräfte, die beim Einsatz kleiner Glas- oder Keramikkügelchen wirken, ist eine verbreitete Methode zur Gewinnung von DNA, RNA, Proteinen oder Metaboliten. Die Kügelchen werden durch Schütteln gründlich mit der Zellsuspension vermischt, z. B. in der MM 400 Schwingmühle. Für die DNA/RNA Isolation wird weniger als 1 ml Zellmaterial benötigt, so dass hierfür 1,5 ml bzw. 2 ml Reaktionsgefäße zum Einsatz kommen. Die Extraktion von Proteinen oder Metaboliten erfordert größere Mengen an Zellsuspension und wird daher z. B. in 50 ml Einweg-Gefäßen durchgeführt. Je nach Zelltyp kann der Füllgrad mit Kügelchen (50 – 80%) und Zellsuspension (i. d. R. 50%) variieren, genau wie die benötigte Zeit (30 s bis zu mehreren Minuten).

➔ KRYOGENVERMAHLUNG VON GEWEBE, ZELLPALLETS, PFLANZEN, INSEKTEN

Proben wie z. B. faserige Pflanzen, zähe Fingernägel oder Gewebe lassen sich am effektivsten kryogen zerkleinern, indem die Probe vor oder während der Vermahlung mit Flüssigstickstoff versprüdet wird. Anders als das Bead Beating eignet sich dieses Verfahren zum Aufbrechen intrazellulärer Organellen wie Hefezellen. Ein weiterer Vorteil der Kaltvermahlung ist die sehr niedrige Temperatur, welche eine Zersetzung, zum Beispiel von Proteinen, verhindert. Mit dem Eintauchen der Probe in Flüssigstickstoff kommen jegliche Zellaktivitäten zum Erliegen und Nebenreaktionen während der Vermahlung werden reduziert.

➔ VERMAHLUNG WEICHER (GEWEBE, INSEKTEN) ODER HARTER PROBEN (QUARZSAND)

Frisches Gewebe oder Insekten lassen sich sehr effektiv in Pufferlösung homogenisieren. Der Durchmesser der Kugeln sollte zwischen 5 und 20 mm liegen, um genug Energie für die Zerkleinerung zu generieren, aber auch genug Platz im Reaktionsgefäß für den Puffer zu lassen, um eine gute Durchmischung zu gewährleisten. Für die 50 ml Zentrifugenröhrchen werden jeweils 4 Kugeln à 20 mm gewählt, da andere Durchmesser oder Mengen die Röhrchen beschädigen könnten. Bei getrockneten Proben ist eine Vermahlung mit 5 – 10 mm Ø Mahlkugeln ohne Flüssigkeit am effizientesten. Wenn Proben während der Homogenisierung drastisch an Volumen einbüßen, wie z. B. Insekten, sollte das Gefäß bis zum Rand befüllt werden. In den 30 ml Weithalsflaschen können Kugelgrößen von maximal 10 mm eingesetzt werden. So lassen sich Proben wie Quarzsand innerhalb von 2 Minuten auf 100 µm zerkleinern.

➔ PROBENMISCHUNG ODER EXTRAKTION VON PESTIZIDEN AUS LEBENS- UND FUTTERMITTELN

Die 50 ml Zentrifugenröhrchen eignen sich sehr gut für das Mischen von Pulvern und Suspensionen. Für die Herstellung stabiler Pellets für die RFA wird man eine Pulverprobe mit Wachs (z. B. 8 g Probe mit 2 g Wachs) vermischt, in die Röhrchen gefüllt und 1 min bei 30 Hz in der MM 400 geschüttelt. Die Probenhomogenisierung für die Pestizidextraktion mit der QuEChERS Methode kann ebenfalls in der MM 400 erfolgen. Zunächst wird in den Gefäßen eine Salzmischung hergestellt, gefolgt von der Extraktion (10 ml Acetonitril, Salzmischung und 10 g Probe werden für 1-3 min bei 30 Hz geschüttelt).

DIE KLASSIKER FÜR DIE FEINVERMAHLUNG PLANETEN-KUGELMÜHLEN

Planeten-Kugelmühen erfüllen alle Anforderungen an eine schnelle und reproduzierbare Zerkleinerung auf Analysenfeinheit. Sie werden für anspruchsvolle Aufgaben im Labor eingesetzt, von der täglichen Probenvorbereitung bis zur Kolloidvermahlung und Entwicklung neuer Materialien. Sie mischen und pulverisieren weiche, mittelharte bis extrem harte, spröde und faserige Proben und erreichen problemlos Endfeinheiten im unteren Mikrometerbereich. Bei Nassvermahlungen sind auch Partikelgrößen im Nanometerbereich möglich.

Neben den klassischen Anwendungen verfügen diese Mühen auch über den notwendigen Energieeintrag für das mechanische Legieren. Ein starkes Argument für Planeten-Kugelmühen ist die Möglichkeit, bis zu 4 x 220 ml Probenmaterial in einem Arbeitsgang aufzubereiten. Eine Auswahl an verschiedenen Modellen erlaubt die optimale Anpassung an alle Anforderungen – von der schonenden Vermahlung temperaturempfindlicher Proben bis zum sehr hohen Energieeintrag für mechanochemische Anwendungen.

- ✓ **TROCKENVERMAHLUNG**
- ✓ **NASSVERMAHLUNG**
- ✓ **NANOVERMAHLUNG**
- ✓ **MECHANOCHEMIE**
- ✓ **MISCHEN**



Abb. 1: Die PM 100 und PM 200 sind Tischmodelle mit einer bzw. zwei Mahlstellen. Die PM 400 ist ein Standgerät mit zwei oder vier Mahlstellen. Sie erlaubt die simultane Zerkleinerung von bis zu acht Proben durch Stapelung der Mahlbecher.

DAS "PLANETARISCHE" PRINZIP

Bei der Planeten-Kugelmühle repräsentiert jeder Mahlbecher einen „Planet“. Dieser Planet befindet sich auf einer kreisförmigen Plattform, dem sogenannten Sonnenrad. Mit jeder Drehung des Sonnenrades rotiert der Mahlbecher in der entgegengesetzten Richtung um seine eigene Achse. Dabei werden Zentrifugal- und Corioliskräfte aktiviert, die zu einer Beschleunigung der Mahlkugeln im Mahlbecher führen. Die daraus resultierende hohe Zerkleinerungsenergie ist Voraussetzung für die Herstellung feinsten Partikelgrößen.

Beispiel: Nanovermahlung von Bariumtitanat

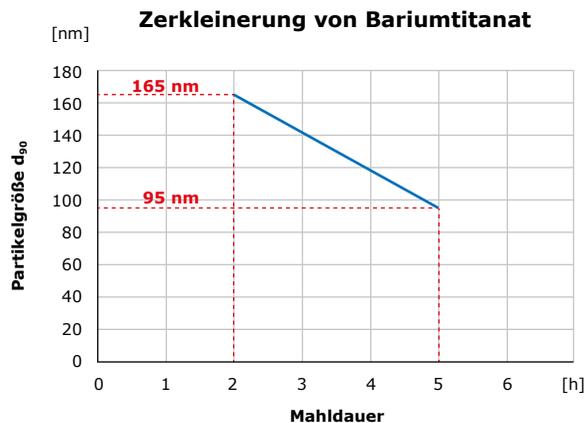


Abb. 2: Ergebnis der Vermahlung von 110 g Bariumtitanat bei 500 min^{-1} in der PM 100. Nach 2 Stunden Zerkleinerung in 260 ml Heptan mit 0,5 mm Mahlkugeln liegt der d_{90} Wert der Partikelgrößenverteilung bei 165 nm. Verlängert man die Mahldauer auf 5 Stunden, sinkt der d_{90} Wert auf 95 nm.

Mechanisches Legieren

Eine typische Anwendung mit langer Mahldauer ist das mechanische Legieren. Hierfür werden große Mahlkugeln eingesetzt, um einen hohen Energieeintrag zu generieren. Das Modell PM 400 MA wurde speziell für diese Anwendung entwickelt mit der Option, größere Probenmengen zu verarbeiten. Beispiel: 4 x 270 g Nickelpulver werden mit 30 g Keramikpulver in 90 min bei 400 min^{-1} legiert. Dafür werden 500 ml Mahlbecher aus rostfreiem Stahl mit 400 Mahlkugeln $\varnothing 10 \text{ mm}$ pro Becher (Verhältnis 1:5 Probe zu Kugeln) aus demselben Material eingesetzt.



VIelfältiges ZUBEHÖR

Das Mahlbecher-Programm „comfort“ wurde speziell für extreme Versuchsbedingungen wie Langzeitversuche, Nassvermahlungen, hohe mechanische Belastung und maximale Drehzahlen sowie zum mechanischen Legieren entwickelt.

Eine große Auswahl an Werkstoffen und Größen (12 ml – 50 ml) erlaubt eine weitgehend analysenneutrale Aufbereitung gemäß der jeweiligen Anforderung. Dank einer O-Ring Dichtung sind alle Mahlbecher gasdicht und staubdicht. Für Kolloidvermahlungen wird ein Mahlbecher mit Sicherheitsverschlussvorrichtung empfohlen. Dieser erlaubt die gasdichte Handhabung des Bechers innerhalb und außerhalb einer Glovebox und ermöglicht den sicheren Transport des Bechers. Für Vermahlungen unter inerten Bedingungen sind Begasungsdeckel erhältlich, welche die Zufuhr von Gasen wie Argon oder Stickstoff ermöglichen. Das optionale GrindControl System wird für die Temperatur- und Drucküberwachung im Mahlbecher eingesetzt.

ANWENDUNGSBEISPIELE PLANETEN-KUGELMÜHLEN

Probe	Modell	Mahlbechergröße	Mahlkugelgröße	Material	Menge pro Becher	Mahldauer	Endfeinheit
Klärschlamm	PM 100	125 ml	7x20 mm	rostfreier Stahl	25 g	10 min	< 400 μm
Heu	PM 100	500 ml	25x20 mm	Achat	50 g	60 min	< 100 μm
Lapislazuli	PM 200	50 ml	20x10 mm	Zirkonoxid	20 g	2 min	< 90 μm
Siliciumcarbid	PM 400	500 ml	60x15 mm	Zirkonoxid	400 g	20 min	< 70 μm
Aktivkohle	PM 100 CM	250 ml	15x20 mm	rostfreier Stahl	40 g	15 min	< 45 μm

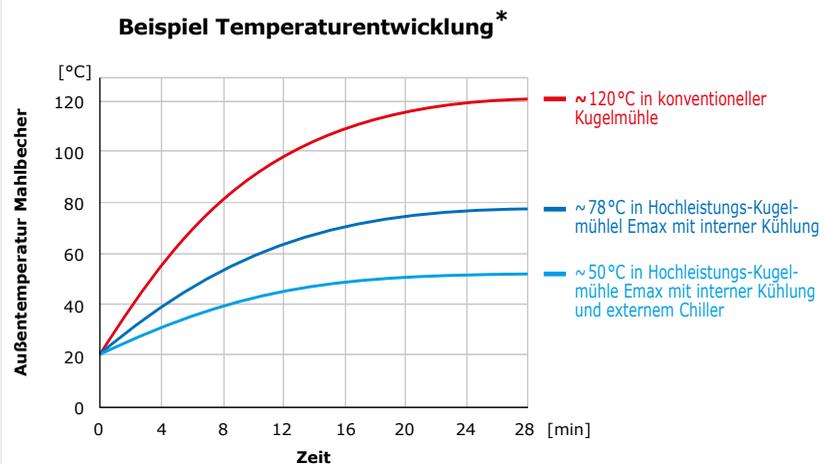
SCHNELLER – FEINER – KÜHLER HOCHLEISTUNGS- KUGELMÜHLE EMAX

- ✓ **TROCKENVERMAHLUNG**
- ✓ **NASSVERMAHLUNG**
- ✓ **NANOVERMAHLUNG**
- ✓ **MECHANOCHEMIE**
- ✓ **MISCHEN**

Im umfangreichen RETSCH Kugelmühlen Programm überzeugt die Hochleistungs-Kugelmühle Emax als perfekte Lösung für die Herstellung von Nanopartikeln in einem Bruchteil der Zeit, die konventionelle Kugelmühlen benötigen. Der Emax ist in vielen Bereichen einzigartig: die maximale Drehzahl von 2000 min^{-1} , das spezielle Mahlbecherdesign und das innovative Wasserkühlsystem machen diese Mühle zu einem höchst effizienten und leistungsstarken Zerkleinerungsinstrument, das hervorragend für Anwendungen in der Forschung geeignet ist.

HOCHEFFIZIENTES KÜHLSYSTEM MACHT KÜHLPAUSEN ÜBERFLÜSSIG

Die größte Herausforderung bei der Entwicklung einer Hochleistungs-Kugelmühle ist die Temperaturkontrolle, da die sehr hohen Zerkleinerungsenergien zu einer extremen Wärmeentwicklung im Mahlbecher führen. Im Emax wurde diese Problematik mit einem innovativen integrierten Wasserkühlsystem gelöst, das die Mahlbecher über die Becherhalterungen kühlt. Das ist deutlich effektiver als zum Beispiel ein Lüfter, da mit Wasser die Wärme besser abgeführt werden kann als mit Luft. Daher benötigt der Emax in der Regel keine Kühlpausen, wie es bei Langzeitvermahlungen in konventionellen Kugelmühlen selbst bei geringen Drehzahlen üblich ist. Neben der internen Kühlung lässt sich der Emax zur weiteren Temperaturreduktion an einen Umlaufkühler oder an die Wasserleitung anschließen.



*Die Temperatur ist abhängig von Probenmaterial, Gerätekonfiguration, und Umgebungstemperatur und kann von diesem Beispiel abweichen.

Abb. 1: Der Effekt des integrierten Kühlsystems des Emax kann durch Anschluss an einen Umlaufkühler oder an die Wasserleitung noch intensiviert werden.

SPÜRBARE ZEITERSPARNIS

Der hohe Energieeintrag ist Voraussetzung für die Herstellung von Partikeln im Nanometerbereich oder für mechanochemische Prozesse. Die maximale Drehzahl von 2000 min^{-1} in Kombination mit dem kontinuierlichen Mahlprozess führt zu einer deutlichen Zeitersparnis im Vergleich zu anderen Kugelmühlen.

Das nachfolgende Beispiel aus dem Bereich der pharmazeutischen Forschung macht deutlich, dass der Emax neue Möglichkeiten in der Vermahlung von thermisch instabilen Substanzen eröffnet.

Ein Kortisonderivat wurde im Emax für 5 min auf eine Partikelgröße unter 300 nm vermahlen, ohne die kritische Temperatur von 45°C zu überschreiten. Die konventionelle Kugelmühle benötigte eine Nettomahldauer von 30 min plus 2,5 h für die Kühlpausen.



Integrierte Wasserkühlung

TEMPERATUR UNTER KONTROLLE

Die Emax Software erlaubt dem Anwender die Einstellung einer Minimal- und Maximaltemperatur, die während des Mahlprozesses nicht über- bzw. unterschritten werden. Bei Erreichen der Maximaltemperatur unterbricht die Mühle automatisch den Mahlvorgang und nimmt diesen erst wieder auf, wenn der Mahlbecher auf die Minimaltemperatur abgekühlt ist. Diese Form der Temperaturüberwachung ist eine Voraussetzung für die Zerkleinerung von wärmeempfindlichen Proben.

Das lässt sich am Beispiel von Polysaccharid eindrücklich demonstrieren. Die vorgegebene Maximaltemperatur für den Mahlprozess liegt bei 80°C . Bei der Vermahlung in einer konventionellen Kugelmühle lassen sich die optimalen Intervalle von Zerkleinern und Kühlen nur durch Versuche herausfinden, was am Ende entweder zur Degeneration der Probe oder zu unnötig langen Prozesszeiten führen kann. Der Emax hingegen erlaubt variable Mahl- und Kühlzyklen innerhalb der vom Anwender festgelegten Temperaturgrenzen. So bleibt der gesamte Mahlprozess reproduzierbar und erfolgt in der kürzest möglichen Zeit.

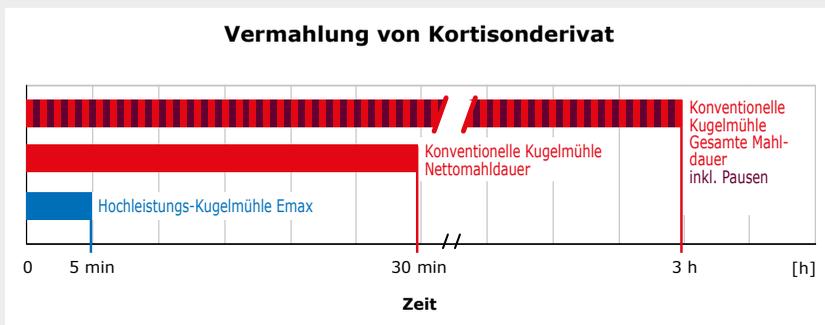


Abb. 2: Bei der Vermahlung von Kortisonderivat im Emax beträgt die Zeitersparnis gegenüber einer konventionellen Kugelmühle fast 3 Stunden.

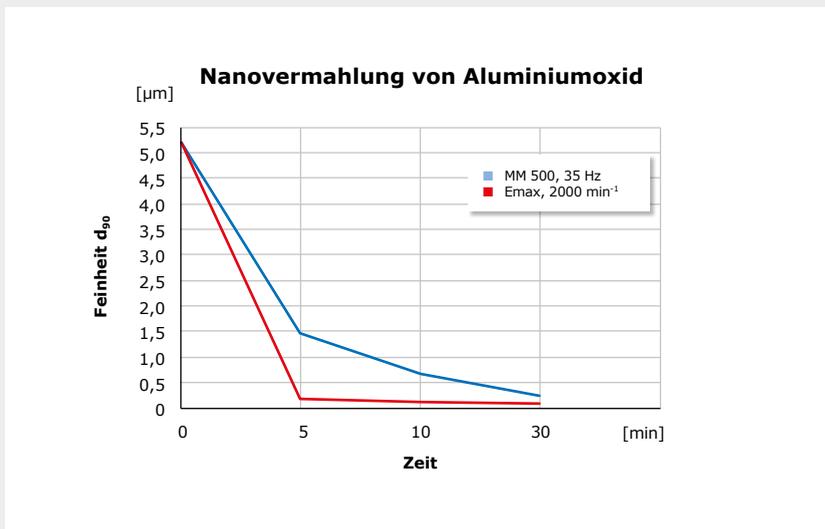


Abb. 3: Nanovermahlung von Aluminiumoxid in der Schwingmühle MM 500 und der Hochleistungs-Kugelmühle Emax.

Die Zerkleinerung von Aluminiumoxid ist ein weiteres Beispiel für das effiziente Funktionsprinzip des Emax. Die gleiche Probe wurde auch in der MM 500 aufbereitet, welche ebenfalls eine Vermahlung ohne Kühlpausen erlaubt. Durch den hohen Energieeintrag bei einer Drehzahl von 2000 min^{-1} , welche nur durch die effektive Wasserkühlung möglich ist, liefert der Emax Partikelgrößen von $0,18 \mu\text{m}$ nach nur 5 Minuten Mahldauer.

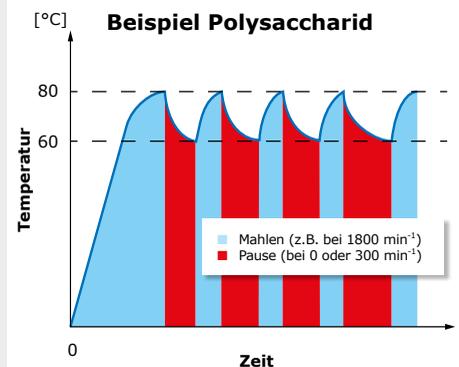


Abb. 4: Vermahlung von Polysaccharid in einem definierten Temperaturbereich zwischen 60°C und 80°C . Die Pausenzeiten passt der Emax automatisch an.

INTAKTE KRISTALLSTRUKTUR XRD-MÜHLE MCCRONE

James Utley, Forschungsassistent im Institut für Geowissenschaften an der Universität Liverpool, erläutert, warum die XRD-Mühle McCrone perfekt für die Probenvorbereitung zur Röntgendiffraktometrieanalyse geeignet ist.

Die XRD Analysentechnik wurde vor mehr als 100 Jahren entdeckt und dient der Beantwortung so interessanter Fragen wie: Können Tonminerale uns etwas über das frühere Erdklima verraten oder wie beeinflussen Mineralien in Verwerfungszonen mögliche Erdbeben?

Mit XRD werden die Strukturen kristalliner Stoffe gemessen; manche Mineralien sind stärker und resistenter gegen Temperaturveränderungen als andere. Um eine Kristallstruktur darzustellen, kann man sich ein Klettergerüst vorstellen, wobei die Abstände zwischen den Stangen die Identitätsmerkmale sind. Würde ein Bulldozer in das Gerüst fahren, würde es verbiegen und dadurch seine Struktur so verändern, dass sich diese nicht mehr eindeutig identifizieren ließe! Folglich müssen wir

- **EIN SEHR FEINES, GUT DURCHMISCHTES PULVER MIT EINER ENGEN PARTIKELGRÖSSENVERTEILUNG HERSTELLEN**
- **STARKE PRALLKRÄFTE UND HOHE TEMPERATUREN VERMEIDEN**

Hier kommt die XRD-Mühle McCrone ins Spiel als die einzige Mühle, die alle Kriterien für die zuverlässige Probenvorbereitung zur Röntgendiffraktometrie-Analytik erfüllt.



Die Mahlwerkzeuge bestehen aus 48 zylindrischen Mahlkörpern mit einer Größe von ca. 12x12 mm. Der Werkstoff wird entsprechend der Anwendung gewählt: Zirkonoxid, Korund oder Achat. Viele kleine Mahlkörper bieten deutlich mehr Kontaktpunkte als, zum Beispiel, Mahlkugeln gleicher Größe. Die Mahlkörper gleiten aneinander entlang, prallen bei den kreisförmigen Schwingungen der Mühle aber auch ineinander.

Eine Mahl-/Schmierflüssigkeit wird zur Probe hinzugegeben, üblicherweise destilliertes Wasser, oder auch Alkohol, wenn die Probe wasserlöslich sein könnte. Durch Zugabe einer Mahflüssigkeit lässt sich eine noch effektivere Suspension herstellen, da alle Partikel durch den Mahlbehälter zirkulieren und die Probenfragmente zudem noch gekühlt werden.

Die XRD-Mühle McCrone erfüllt alle Voraussetzungen für die Röntgendiffraktometrie von Mineralien. Sie produziert ein feines Pulver mit enger Partikelgrößenverteilung unter Bewahrung der Kristallstruktur der Probe durch Vermeidung starker Prallkräfte und hoher Temperaturen.

FÜR GROSSE MENGEN TROMMELMÜHLE TM 300

Trotz der großen Bandbreite unterschiedlicher Kugelmühlen ist die maximale Aufgabemenge mit 880 ml doch vergleichsweise gering. Eine Ausnahme bildet die Trommelmühle TM 300 von RETSCH, mit der sich bis zu 20 l Probenmaterial in einem Schritt verarbeiten lassen.

Diese Mühle kann durch Verwendung des entsprechenden Moduls als Kugel- oder Stabmühle eingesetzt werden. Die Standardgrößen der Mahltrommel liegen zwischen 5 und 43,4 l. Die TM 300 erlaubt die Trocken- und Nassvermahlung und erzielt je nach Probenmaterial Endfeinheiten bis zu 20 µm.

Die üblicherweise vorzerkleinerte Probe wird mit dem Mahlmedium (Kugeln oder Stäbe) in einer Trommel äußeren Kräften ausgesetzt. Da die Trommelmühle über eine variable, aber sehr niedrige Drehzahl von 15-80 min⁻¹ verfügt, ist sie die einzige Mühle, bei der Mahlkugeln unterschiedlicher Größen eingesetzt werden dürfen.

Die TM 300 verfügt über einen Spann- und Sicherungsmechanismus, der einen einfachen Zugang zum Mahlgut ermöglicht. In der 21,5 l Trommel werden 20 kg Mahlkugeln à 20 mm Durchmesser eingesetzt. Kugelgrößen von 5 mm, 10 mm oder 30 mm sind ebenfalls üblich. Für einen effektiven Mahlprozess ist eine ausreichende Anzahl von Kugeln bzw. Stäben erforderlich.

Über einen Schnellverschluss lässt sich der Deckel der Trommel leicht entfernen. Die Mühle verfügt zudem über ein solides Schallschutzgehäuse.



BEISPIEL: GETROCKNETE PILZE



140 g getrocknete Pilze wurden in 90 min bei 60 min⁻¹ mit 10 kg Stahlmahlkugeln à 20 mm auf eine Endfeinheit von 100 µm zerkleinert.

ANWENDUNGSBEISPIELE TROMMELMÜHLE TM 300

Probe	Trommelgröße	Mahlkugelgröße	Material	Probenmenge	Mahldauer	Endfeinheit
Titanschlacke	21,5 l	20 mm (20 kg) + 10 mm (13 kg)	rostfreier Stahl	4,4 l	12 h	< 30 µm
Zellulosefasern	21,5 l	30 mm (20 kg) + 40 mm (11 kg)	rostfreier Stahl	12 l	15 h	< 50 µm

RETSCH setzt Maßstäbe – seit über 100 Jahren

RETSCH ist weltweit führend auf dem Gebiet der analysengerechten Probenvorbereitung und Charakterisierung von Feststoffen. Auf der Basis von über 100 Jahren Erfahrung entwickelt RETSCH innovative Zerkleinerungsgeräte und Analysensiebmaschinen, die durch Leistung, Bedienerfreundlichkeit, Sicherheit und lange Lebensdauer überzeugen.

Abonnieren Sie unseren Newsletter!

Sie erhalten 3-4 Mal im Jahr exklusive Informationen zu Seminaren/Webinaren, Applikationen und Produktneuheiten.

Jetzt anmelden:



www.retsch.de/newsletter

Eine Abmeldung ist jederzeit möglich.



Technische Änderungen und Irrtümer vorbehalten • 99.997.0044/D • Quellen der in dieser Veröffentlichung genutzten, lizenzierten Bilder: www.istockphoto.com, www.fotolia.com

Retusch GmbH | Retusch-Allee 1-5 | D-42781 Haan | Telefon: +49(0)2104/2333-100 | Telefax: +49(0)2104/2333-199 | info@retsch.de | www.retsch.de

VERDER
scientific

RETSCH ist Teil der Scientific Division der VERDER Gruppe, welche Maßstäbe in der Entwicklung und Fertigung von Labor- und Analysegeräten setzt. Diese kommen in den Bereichen Qualitätskontrolle, Forschung und Entwicklung, sowie in der Probenvorbereitung und Analytik von Feststoffen zum Einsatz.



ELEMENTARANALYSE
Eltra GmbH
www.eltra.com



HÄRTEPRÜFUNG
Qness GmbH
www.qness.com



ZERKLEINERN & SIEBEN
Retusch GmbH
www.retsch.com



WÄRMEBEHANDLUNG
Carbolite Gero Ltd.
Carbolite Gero GmbH & Co. KG
www.carbolite-gero.com



MATERIALOGRAPHIE
ATM GmbH
www.atm-m.com



PARTIKELCHARAKTERISIERUNG
Retusch Technology GmbH
www.retsch-technology.com