

2 000 min⁻¹
vitesse max

Refroidissement
par liquide

BROYEURS À BILLES HAUTE PERFORMANCE

BROYAGE ET GRANULOMÉTRIE JUSQU'AU NANOMÈTRE

10⁻⁹m

10⁻⁶m

10⁻³m



BROYEUR À BILLES HAUTE
ÉNERGIE E_{max}



BROYEUR PLANÉTAIRE À
BILLES PM 100



VIBRO-BROYEUR
MM 400



CRYOMILL



BROYEUR PLANÉTAIRE À
BILLES PM 400



**Chères lectrices et lecteurs,
chères clientes et clients, chers
partenaires,**

Le mot « nano » est sur toutes les lèvres et le nano-monde a envahi notre vie de tous les jours. On trouve des particules ultrafines dans les crèmes solaires, les textiles, les médicaments ou les peintures pour nommer que quelques exemples. Le domaine des nanotechnologies améliore les matériaux avec de nouvelles propriétés et ainsi donne une plus-value aux produits.

RETSCH mise également sur la nanotechnologie ! **Avec son design de pointe et sa technologie révolutionnaire, le nouveau broyeur à billes haute énergie E_{max} permet la fabrication de nanoparticules en une fraction du temps nécessaire avec des broyeurs similaires.** L'appareil fonctionne à une vitesse de rotation exceptionnelle de 2 000 min⁻¹, une caractéristique sans précédent pour un broyeur à billes. Découvrez dans cette édition de l'« échantillon » comment les ingénieurs de RETSCH ont combiné dans l'E_{max} **une énergie de broyage infiniment grande avec un système innovant de refroidissement à l'eau** – l'E_{max} permet ainsi un broyage en continu sans aucune interruption ! La fragmentation jusque dans le domaine nanométrique est tout aussi possible avec les broyeurs planétaires à billes éprouvés de RETSCH. Dans ce numéro, nous vous présentons non seulement des broyeurs à billes et des vibro-broyeurs mais aussi **des applications à haute énergie typiques, telles que la mécanosynthèse et les broyages colloïdaux.**

Nous vous souhaitons une bonne lecture !

Très cordialement

Dr. Juergen Pankratz
Directeur VERDER SCIENTIFIC

SOMMAIRE

BROYEUR À BILLES HAUTE ÉNERGIE E_{max} – LA RÉVOLUTION EN MATIÈRE DE BROYAGE FIN

PAGE 04



La nouvelle dimension du broyage à haute énergie : une vitesse de 2 000 tours par minute pour une pulvérisation ultra-rapide, combinée à un système de refroidissement hyper efficace.

BROYEURS PLANÉTAIRES À BILLES – LES CLASSIQUES POUR LE BROYAGE ULTRAFIN

PAGE 08



Le principe planétaire garantit des apports d'énergie importants et une finesse extrême jusqu'à l'échelle du sous-micron, il offre des conditions idéales pour les broyages colloïdaux et la mécanosynthèse.

MÉCANOSYNTÈSE

PAGE 10

Les broyeurs à billes haute performance et les broyeurs planétaires à billes fournissent l'énergie cinétique nécessaire pour la mécanosynthèse. Avec le PM 400 MA, RETSCH propose un modèle spécialement conçu pour ce type d'application.

LE BROYAGE COLLOÏDAL POUR LA PRODUCTION DE NANOPARTICULES

PAGE 12

La réduction de la taille de particules déjà très fines nécessite un apport d'énergie élevé tel qu'il est fourni dans les broyeurs planétaires à billes ou dans le broyeur à billes haute énergie E_{max} de RETSCH. D'autres critères importants pour un nanobroyage efficace sont le choix d'une garniture de broyage appropriée et une charge de billes optimale.

VIBRO-BROYEUR MM400 – LE POLYVALENT POUR LES PETITES QUANTITÉS

PAGE 14



Pour une homogénéisation rapide et efficace de petites quantités d'échantillon, les vibro-broyeurs sont le meilleur choix.

CRYOMILL – BROYER PAR GRAND FROID

PAGE 16



Le CryoMill est utilisé lorsqu'un broyage à température ambiante n'est plus possible. Il convient tout aussi bien pour les matériaux durs et élastiques que pour les échantillons contenant des composés volatils.

EXEMPLES D'APPLICATION : BROYEURS À BILLES ET VIBRO-BROYEURS

PAGE 18

Les broyeurs à billes et vibro-broyeurs RETSCH se prêtent au traitement d'une grande variété d'échantillons. La vaste gamme d'accessoires permet une adaptation optimale aux exigences spécifiques de chaque application.

DES PARTICULES MINUSCULES À GRAND EFFET : LE BROYAGE JUSQUE DANS LE DOMAINE NANOMÉTRIQUE

La nanotechnologie est l'une des approches les plus innovantes de notre époque et une révolution de taille dans les domaines : science des matériaux, pharmaceutique, agroalimentaire, pigments ou semi-conducteurs. En nanotechnologie, les particules considérées sont de l'ordre du nanomètre, soit entre 1 et 100 nm, et du fait de leur petite taille, elles se distinguent par des propriétés particulières dues à leur surface nettement accrue par rapport à leur volume (appelées « fonctionnalités induites par la taille »). Les particules ultrafines sont par exemple plus dures ou plus solides que les grosses particules. Grâce à la nanotechnologie, de nombreux effets présents dans la nature deviennent commercialement viables, comme par exemple l'effet lotus qui fait perler l'eau et la saleté des peintures ou tissus nano-imprégnés, comme la fleur de lotus.

N A N A N O

Mais comment les nanoparticules sont-elles fabriquées ? Elles peuvent être synthétisées selon deux approches différentes, par la méthode dite « ascendante » (bottom up) à partir de molécules ou d'atomes isolés ou encore la méthode dite « descendante » (top down) qui consiste à fractionner les particules d'assez grande taille, par ex. à l'aide de broyeurs de laboratoire. Le rapport surface/volume étant nettement augmenté, les petites particules sont électriquement chargées et exercent entre elles des forces électrostatiques d'attraction.

Les nanoparticules peuvent être obtenues par broyage colloïdal. Pour ce faire, les particules sont dispersées dans un liquide afin de neutraliser les charges de surface. Suivant le matériau échantillon, l'agent dispersant utilisé peut être de l'eau ou un

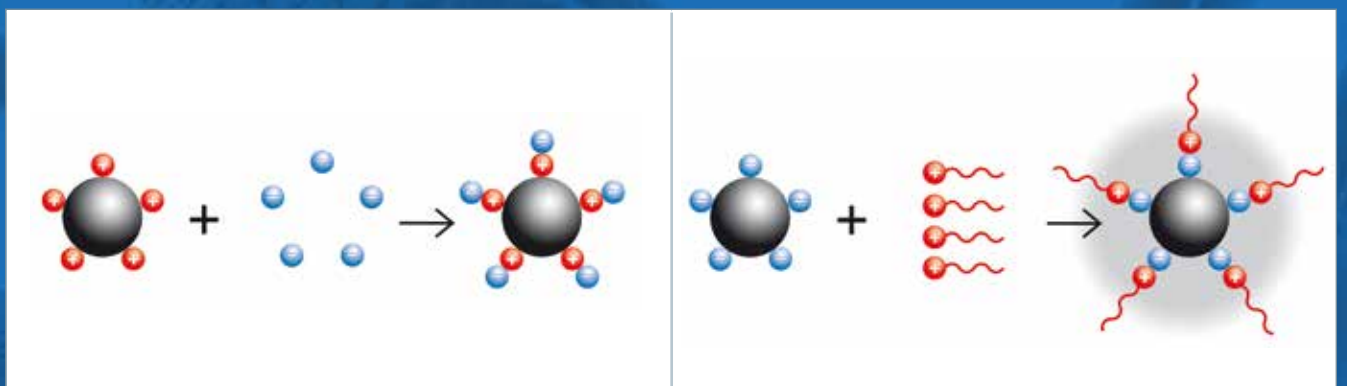
alcool. Dans certains cas, la neutralisation des charges de surface est seulement possible par ajout d'un tampon comme le phosphate de sodium ou de molécules à longues chaînes non chargées comme l'acide diaminopimélique (stabilisation électrostatique ou stérique).

Avec les broyeurs planétaires à billes et le broyeur à billes haute énergie E_{max}, Retsch dispose des broyeurs appropriés et du savoir-faire nécessaire pour le nanobroyage dont le succès dépend des critères suivants :

- matériau de la garniture de broyage
- taille des billes
- rapport billes / échantillon / dispersant
- durée de broyage
- apport d'énergie

Avec l'E_{max}, l'avantage est que la chaleur de frottement générée lors du broyage jusqu'au nanomètre est largement dissipée grâce à un système de refroidissement innovant.

Les bols de broyage « confort » utilisés dans les broyeurs planétaires à billes conviennent parfaitement pour les broyages colloïdaux. Grâce au joint torique, le liquide ne peut pas s'échapper, même lors de la montée en pression à l'intérieur du bol de broyage. Pour en faciliter le transport, les bols sont dotés de rebords de préhension. Des systèmes spéciaux de verrouillage de sécurité garantissent par ailleurs une utilisation sécurisée. Les bols de broyage de l'E_{max} disposent d'une fermeture de sécurité intégrée.



Neutralisation de particules électrisées par ajout d'un tampon (stabilisation électrostatique, à gauche) ou de molécules à chaîne longue (stabilisation stérique, à droite)

E_{max}

LA RÉVOLUTION EN MATIÈRE DE BROYAGE FIN

2 000 min⁻¹
vitesse max
Refroidissement
par liquide

L'E_{max} est un broyeur à billes de conception nouvelle, spécialement conçu pour le broyage à haute énergie. La vitesse inégalée de 2 000 min⁻¹ atteinte dans le broyeur, en combinaison avec la forme particulière des bols de broyage, fournit une énergie de broyage extrêmement importante. La combinaison unique de friction, d'impact et de mouvements circulaires des bols de broyage permet un broyage extrêmement fin des particules en un temps très court. Grâce au système inédit de refroidissement avec de l'eau, l'excès d'énergie thermique est dissipé de façon à empêcher l'échauffement de l'échantillon, même en cas de broyage prolongé.

Ainsi, le broyeur à billes à haute énergie E_{max} est optimal pour les broyages en continus. Étant donné qu'aucune interruption n'est nécessaire pour le refroidissement, le temps de broyage est nettement plus court dans l'E_{max} que dans les broyeurs planétaires à billes conventionnels. En combinaison avec le système unique de refroidissement avec de l'eau, l'apport d'énergie extrêmement élevé à la vitesse de 2 000 min⁻¹ offre des conditions parfaites pour la mécanosynthèse ou le broyage jusqu'au nanomètre.



Fig. 1: L'E_{max} dispose de 2 stations de broyage.

E_{max}



Vidéo produit de l'E_{max} sur
www.retsch.fr/emax

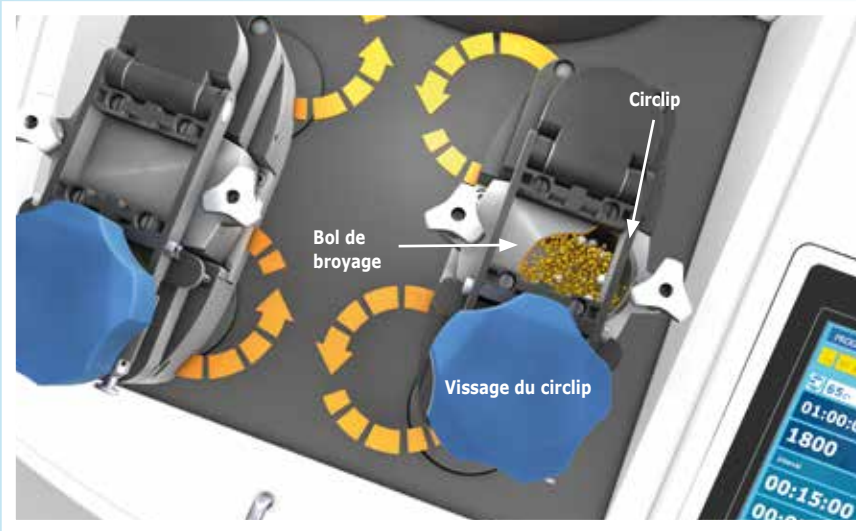


Fig. 2 : Les supports des bols de broyage sont montés respectivement sur deux disques qui tournent dans le même sens. Par conséquent, les bols se déplacent sur une trajectoire circulaire sans modifier leur orientation. L'entraînement excentré quadruple garantit le déplacement en décalage précis des bols de broyage. Les forces massiques sont éliminées par des masses d'équilibrage intégrées.

PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT

Le nouveau mécanisme de réduction de taille de l'**E_{max}** réunit les avantages de différents types de broyeurs : l'impact à haute fréquence (vibro-broyeur), le frottement intensif (broyeur à disques) et les mouvements circulaires contrôlés des bols (broyeur planétaire à billes) garantissent une performance de broyage incomparable. Cette combinaison unique est générée par la forme ovale et le mouvement des bols de broyage. Les supports des bols de broyage sont montés respectivement sur deux disques qui tournent dans le même sens. Par conséquent, les bols se déplacent sur une trajectoire circulaire sans modifier leur orientation. L'interaction de la géométrie des bols et du mouvement provoque une forte friction entre les billes de broyage, la matière échantillon et les parois du bol ainsi qu'une forte accélération qui permet l'impact des billes avec une grande force sur l'échantillon aux extrémités arrondies des bols. Le mélange des particules résultantes bien plus fines et à distribution en taille plus serrée est ainsi nettement amélioré par rapport à ce qui a été possible d'atteindre jusqu'à présent dans des broyeurs à billes.

HIGHLIGHTS

- Broyage plus rapide et plus fin qu'avec tout autre broyeur à billes
- La vitesse jusqu'à 2000 min⁻¹ permet une pulvérisation ultra-rapide de l'échantillon
- Système innovant de refroidissement à l'eau pour un fonctionnement longue durée sans interruption
- Mélange optimisé de l'échantillon et distribution granulométrique serrée grâce à la conception particulière des bols de broyage
- Système d'entraînement breveté
- Bol de broyage avec fermeture de sécurité intégrée
- Mémorisation de 10 programmes SOP
- Grand choix de matériaux des bols pour un broyage sans risque de contamination

Fig. 3 : La géométrie particulière des bols de broyage permet un mélange optimisé de l'échantillon



Caractéristiques techniques



www.retsch.fr/emax	
Domaine d'utilisation :	réduction de taille, homogénéisation, nanobroyage, mécano-synthèse, broyage colloïdal
Granulométrie initiale* :	<5 mm
Finesse finale* :	<80 nm
Charge / quantité alimentée* :	max. 2 x 45 ml
Nombre de stations de broyage :	2
Taille des bols de broyage :	50 ml / 125 ml
Vitesse de rotation :	300 – 2 000 min ⁻¹
Refroidissement :	refroidissement contrôlé avec de l'eau option: refroidisseur à circulation
Bol de broyage :	avec système de fermeture de sécurité intégré et couvercle de mise en gaz en option
Matériaux des garnitures de broyage :	acier inoxydable, carbure de tungstène, oxyde de zirconium
Programmes (SOP) mémorisables :	10
Dimensions (l x H x P) :	625 x 525 x 645 mm
*dépend de l'échantillon et de la configuration/des réglages de l'appareil	

PLUS RAPIDE – PLUS FIN – E_{max}

Comparaison de la finesse et de la durée de broyage

Des granulométries finales à l'échelle nanométrique peuvent seulement être atteintes par broyage humide (cf. p. 12, Conseils pour le broyage colloïdal). Cette méthode nécessite un grand nombre de billes de broyage de 0,1 mm à 3 mm de diamètre afin de créer un effet de friction important. Avec l'E_{max}, l'énergie de broyage ainsi générée est encore accrue par la vitesse de rotation de 2 000 min⁻¹. L'apport d'énergie élevé est pleinement utilisé parce que le système unique de refroidissement à l'eau évacue rapidement la chaleur de friction. Sans refroidissement efficace, l'échantillon et le broyeur s'échaufferaient beaucoup trop. Suivant les caractéristiques de l'échantillon et le mode de broyage, des interruptions correspondants à 60 % de la durée totale du broyage doivent être prises en compte avec des broyeurs planétaires à billes conventionnels afin d'éviter la surchauffe de l'échantillon et de l'appareil. Grâce à son système efficace de refroidissement à l'eau, l'E_{max} a l'avantage de pouvoir fonctionner non-stop.

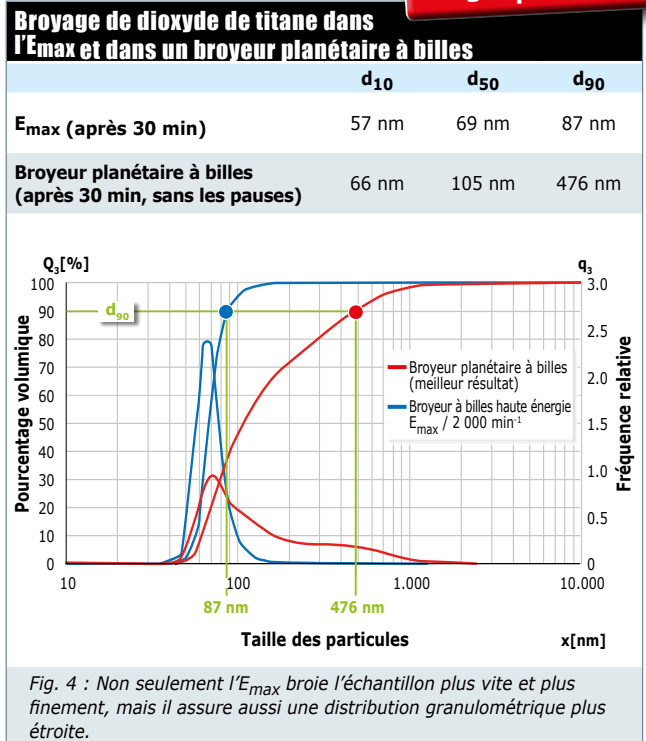
Dans l'essai réalisé, le pigment dioxyde de titane a été broyé dans le broyeur planétaire à puissance maximum et dans l'E_{max} (bol de broyage de 50 ml en oxyde de zirconium, 110 g de billes en oxyde de zirconium de Ø 0,1 mm, 10 g d'échantillon et 15 ml de phosphate de sodium à 1 %).

Après 30 minutes de broyage, la valeur d₉₀ obtenue avec l'E_{max} était de 87 nm. Pendant ce même temps (sans les pauses de refroidissement), l'échantillon n'a pas pu être broyé aussi finement avec le broyeur planétaire à billes le plus performant puisque la finesse atteinte était de seulement 476 nm. Comparé au broyeur planétaire à billes, l'E_{max} a donc atteint une granulométrie finale 5 fois plus fine (fig. 4).

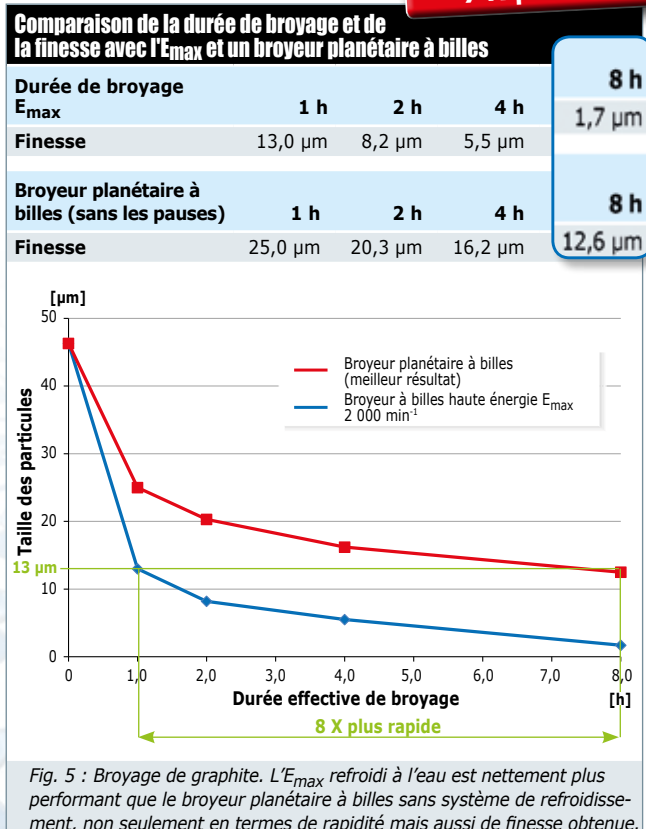
Comparaison de la durée de broyage

En ce qui concerne la durée de broyage, la supériorité de l'E_{max} est manifeste. La fig. 5 montre le résultat d'un broyage de graphite à 2 000 min⁻¹ dans l'E_{max} (bol de broyage de 50 ml en oxyde de zirconium avec 5 g d'échantillon, 110 g de billes de Ø 1 mm en oxyde de zirconium et 13 ml d'isopropanol) et dans le broyeur planétaire à billes le plus performant. Le graphite étant un lubrifiant, le broyage exige un apport d'énergie particulièrement important. Après seulement 1 heure de broyage, 90 % de l'échantillon dans l'E_{max} présentaient une finesse de 13 µm, une valeur qu'il a été possible d'atteindre seulement après 8 heures de broyage (sans les pauses) avec le broyeur planétaire. Il suffit de jeter un coup d'œil aux finesesses finales atteintes après 8 heures de broyage effectif pour constater la puissance exceptionnelle de l'E_{max} : avec une valeur d₉₀ de 1,7 µm, la granulométrie finale est 7 fois plus fine que celle atteinte avec le broyeur planétaire à billes (12,6 µm).

**Dioxyde de titane :
5 X plus fin**



**Graphite :
8 X plus rapide
7 X plus fin**



SYSTÈME DE REFROIDISSEMENT ULTRA-EFFICACE

Dans l' E_{max} , les bols de broyage sont refroidis grâce à un **système intégré de refroidissement à l'eau**. Pour en réduire davantage la température, le broyeur peut être branché à un refroidisseur à circulation ou à une arrivée d'eau. La fig. 6 montre le circuit de refroidissement de l' E_{max} . Le refroidissement des bols de broyage est assuré par le biais du support du bol. **Le refroidissement à l'eau est plus efficace car la chaleur s'évacue mieux dans l'eau que dans l'air**. Le logiciel de l' E_{max} permet à l'opérateur d'effectuer le broyage dans une gamme de température précise, c'est à dire qu'il peut définir un seuil de température minimum et maximum. Si la température

maximale est dépassée, le broyeur interrompt automatiquement le processus de broyage et se remet en route dès que la température minimale est atteinte.

Le refroidissement peut s'avérer être un avantage crucial, en particulier pour les échantillons thermosensibles ou les échantillons broyés dans de l'isopropanol, ainsi qu'illustré sur la fig. 7. L'isopropanol s'évapore à 82 °C si bien que la pression dans le bol augmente considérablement. Si la température reste en-dessous de cette valeur, la pression dans le bol de broyage et la sollicitation des joints sont minimisées. Il est en plus possible de réouvrir le bol de broyage peu de temps après le processus de broyage.

Circuit de refroidissement dans l' E_{max}

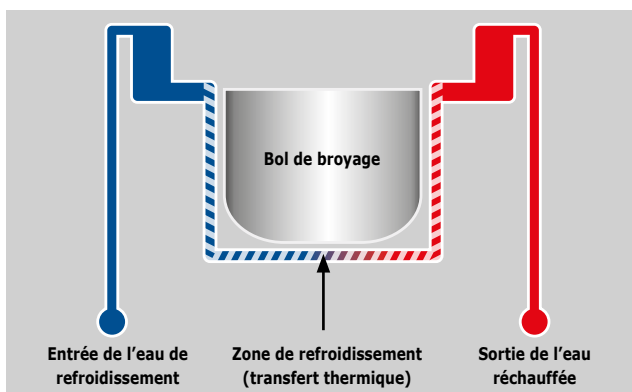


Fig. 6 : Dans l' E_{max} , le refroidissement est assuré par le biais du support du bol.

Broyage humide de graphite dans l' E_{max}

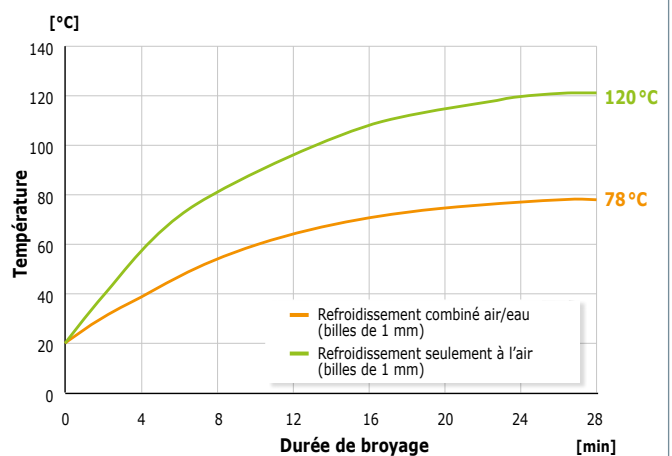


Fig. 7 : Pour le broyage de graphite dans de l'isopropanol (bol de 50 ml, billes de 1 mm, échantillon de 5 g), l'échauffement du bol a pu être limité à 78 °C grâce au refroidissement à l'eau. Sans refroidissement, la température était de 120 °C.

SÉCURITÉ MAXIMALE

Lors de la conception de l' E_{max} , la fiabilité de fonctionnement et la sécurité pour l'opérateur ont fait l'objet d'une attention toute particulière. La position du bol est surveillée automatiquement ; si elle n'est pas correcte, il n'est pas possible de démarrer le broyeur. Le fonctionnement de l' E_{max} **ne**

requiert aucun contrepois. D'éventuels déséquilibres sont contrôlés en permanence. En cas de balourd trop important, le broyeur s'arrête automatiquement. Le temps de broyage restant est affiché et le processus de broyage peut reprendre dès que le problème est solutionné.

Conclusion

L' E_{max} donne une toute nouvelle dimension au broyage à haute énergie. La combinaison unique de friction et d'impact ainsi que la vitesse révolutionnaire de 2 000 min^{-1} permettent d'obtenir des particules d'une extrême finesse en très peu de temps. Grâce au système unique de refroidissement avec de l'eau, l'énergie de broyage disponible dans l' E_{max} est nettement plus importante que dans les broyeurs à billes conventionnels et sans aucune surchauffe. Par ailleurs, le temps de broyage de l' E_{max} est nettement écourté par rapport à celui des broyeurs à billes sans système de refroidissement qui nécessitent des interruptions de broyage. Les exemples donnés dans cet article montrent clairement que l' E_{max} atteint la finesse souhaitée en un temps court comparativement au broyeur à billes utilisé.

LES CLASSIQUES POUR LE BROYAGE ULTRAFIN

BROYEURS PLANÉTAIRES À BILLES

Les broyeurs planétaires à billes RETSCH sont utilisés partout où il s'agit de satisfaire des exigences élevées en matière de rapidité, finesse et reproductibilité. Ils mélangent et pulvérisent les matériaux tendres, mi-durs à particulièrement durs, cassants et fibreux et parviennent sans peine à des finesses finales à l'échelle du micromètre. Dans le cas de broyages humides, ils permettent même de réduire la taille des particules d'un matériau jusque dans le domaine nanométrique. Non seulement ces broyeurs assurent les opérations de broyage classiques, mais ils répondent aussi à toutes les exigences techniques d'un broyage colloïdal et assurent l'apport d'énergie nécessaire à la mécanosynthèse.

HIGHLIGHTS

- ◉ Pulvérisation puissante et rapide jusque dans le domaine du submicron
- ◉ Résultats reproductibles grâce à la régulation de l'énergie et de la vitesse
- ◉ Conviennent pour les essais de longue durée et le fonctionnement en continu
- ◉ Permettent le broyage à sec et par voie humide
- ◉ Large gamme de matériaux pour un broyage sans contamination

VASTE GAMME DE MODELES & D'ACCESSOIRES

RETSCH propose toute une famille de broyeurs planétaires à billes. **Les broyeurs PM 100, PM 100 CM et PM 200 sont des appareils de pailasse qui disposent d'une ou de deux stations de broyage.** Le PM 100 CM fonctionne en mode centrifuge, ce qui signifie que le rapport entre la vitesse de rotation de la roue solaire et celle du bol de broyage est de 1:-1. Le broyage est ainsi effectué plus en douceur avec une usure moins importante. **Le PM 400 est quant à lui un appareil au sol avec deux ou quatre stations de broyage** offrant la possibilité d'empiler deux bols par station et donc de broyer simultanément jusqu'à huit échantillons. Afin d'atteindre un apport énergétique particulièrement élevé pour la mécanosynthèse, le PM 400 dans la version « MA » est également disponible avec des rapports de vitesse de 1:-2,5 et 1:-3.

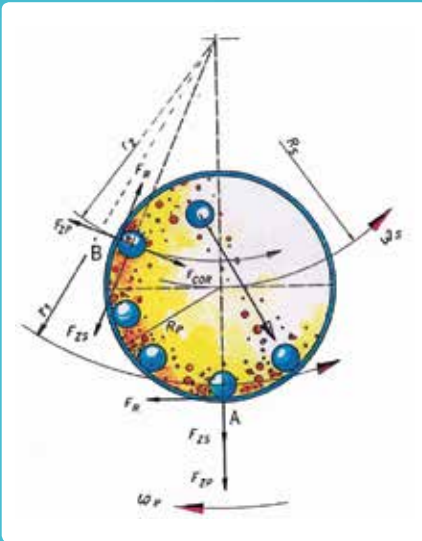
Pour les broyages colloïdaux, il est recommandé d'utiliser un bol de broyage à système de verrouillage spécial qui permet la manipulation en milieu étanche aux gaz, à l'intérieur comme à l'extérieur d'enceintes hermétiques de type boîtes à gants, et garantit le transport sécurisé des bols.

Pour les broyages dans des atmosphères inertes, il existe des **couvercles de mise en gaz** permettant par ex. d'introduire de l'argon ou de l'azote à l'intérieur du bol.

La **gamme de bols « confort »** a été spécialement conçue pour des conditions d'essais extrêmes telles que les essais de longue durée, les broyages par voie humide, une forte sollicitation mécanique et des vitesses de rotation maximales ainsi que pour la mécanosynthèse. **Le grand choix de matériaux et de tailles (12 ml à 500 ml)**, aussi pour les billes de broyage, permet une préparation la plus neutre possible pour l'analyse et adaptée à l'application considérée. Tous les bols « confort » sont étanches au gaz et à la poussière grâce à un joint torique.



LE PRINCIPE « PLANÉTAIRE »



Dans le broyeur planétaire à billes, chaque bol de broyage représente une « planète » placée sur une plateforme circulaire, ladite roue solaire. Chaque fois que la roue solaire tourne, chaque bol tourne autour de son axe de rotation, mais dans le sens contraire. Ce faisant, les forces centrifuges et de Coriolis qui entrent en jeu entraînent une accélération rapide des billes de broyage (cf. fig. 1).

La très grande énergie de broyage ainsi engendrée permet la réduction de la matière échantillon en parti-

cules ultrafines. L'énorme accélération des billes catapultées d'une paroi à l'autre du bol génère une force d'impact importante sur la matière de l'échantillon et suscite des effets de broyage additionnels par frottement. Pour les broyages colloïdaux et la plupart des autres applications, le rapport entre la vitesse de la roue solaire et la vitesse des bols est de 1:-2. Pour les applications qui requièrent un plus grand apport énergétique, il est possible de recourir à des broyeurs planétaires avec d'autres ratio de vitesse ainsi que des broyeurs à billes haute énergie comme l'E_{max}.

Fig. 1 : Dans le broyeur planétaire à billes, les forces centrifuges et de Coriolis permettent la réduction de la matière jusque dans le domaine nanométrique.

FINESSE FINALE JUSQU'À L'ÉCHELLE NANOMÉTRIQUE

La fig. 2 montre le résultat obtenu en broyant de l'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) à 650 min⁻¹ dans le PM 100. Après 1 heure de broyage dans de l'eau avec des billes de 1 mm, la moyenne de la distribution granulométrique est de 200 nm et après

4 heures, de 100 nm. Dans un autre essai, la matière a d'abord été broyée pendant 1 heure avec des billes de 1 mm puis pendant 3 heures avec des billes de 0,1 mm (cf. fig. 3). Une moyenne de 76 nm a ainsi été atteinte. Les résultats

du broyage montrent que les broyeurs planétaires à billes sont capables de produire des particules de taille nanométrique, le succès du nanobroyage étant largement conditionné par le choix de la taille des billes.

Broyage colloïdal d'oxyde d'aluminium dans le PM 100

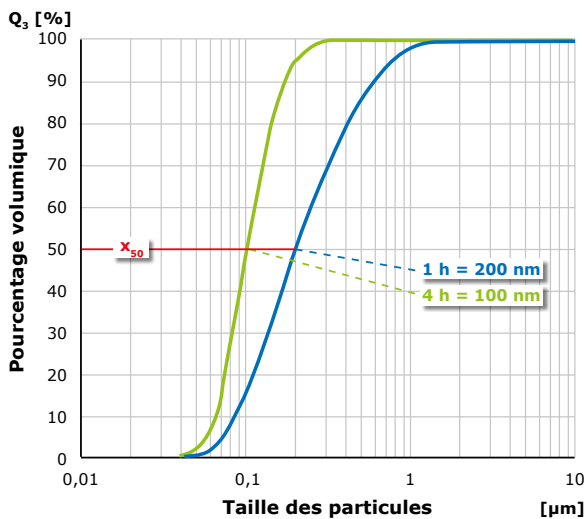


Fig. 2 : Broyage d'alumine dans de l'eau avec des billes de 1 mm, 1 h plus tard (bleu) et 4 h plus tard (vert).

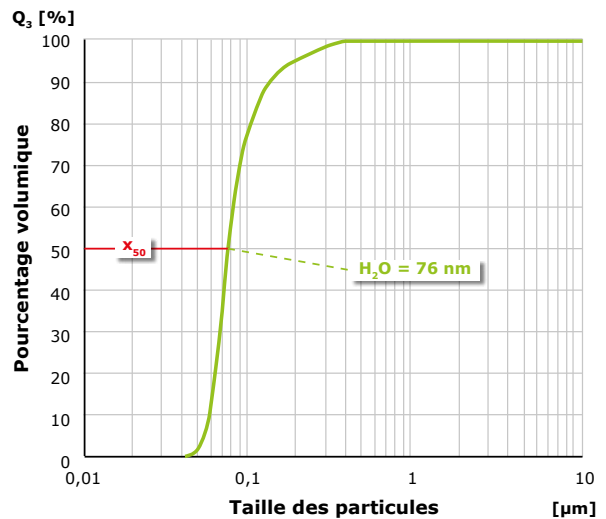


Fig. 3 : Broyage d'alumine dans de l'eau avec des billes de 1 mm (1 heure) puis avec des billes de 0,1 mm (3 heures).

Conclusion

Les broyeurs planétaires à billes conviennent parfaitement pour les processus classiques de mélange et de broyage qui nécessitent un apport d'énergie élevé. Ils permettent d'effectuer des broyages à sec et par voie humide, ces derniers convenant même, suivant la matière échantillon, pour l'obtention de finesses à l'échelle nanométrique. RETSCH propose différents modèles ainsi qu'une vaste gamme d'accessoires pour une utilisation polyvalente des broyeurs de la série PM.

MÉCANO-SYNTHÈSE



Broyeur à billes haute énergie E_{max}

Broyeur planétaire à billes PM 400

Tout le monde connaît et utilise les alliages tels que l'amalgame dentaire ou l'acier inoxydable. La manière traditionnelle de fabriquer un alliage consiste à fondre tous ses constituants à haute température. Si les alliages ne sont nécessaires qu'en petites quantités ou bien qu'ils ne peuvent pas être produits par fusion, la technique de l'alliage mécanique ou mécanosynthèse est alors une excellente alternative, l'idéal étant alors de recourir aux broyeurs à billes qui fournissent des apports d'énergie élevés par des effets d'impact et de friction. L'impact mécanique est également exploité en mécanochimie, par ex. pour produire des réactions chimiques sans aucun solvant.

COMMENT SE FAIT LA MÉCANOSYNTHÈSE ?

Le premier alliage (bronze) a été réalisé par l'homme 3300 ans avant Jésus-Christ. Aujourd'hui, il existe une très grande variété d'alliages qui se distinguent par des propriétés optimum. Certaines matières de départ se mélangent à l'état de fusion et restent dissoutes les unes dans les autres du fait de la formation d'une structure cristallines mixtes. De nouvelles propriétés telles que par ex. l'augmentation du paramètre dureté de l'alliage, sont dues à l'insertion pendant le processus de fusion de certains atomes de l'élément d'alliage dans le réseau cristallin de l'élément de base. Les différents diamètres des atomes entraînent une distorsion du réseau dans les cristaux mixtes, les plans de glissement sont perturbés et le métal durcit mais devient aussi plus cassant.

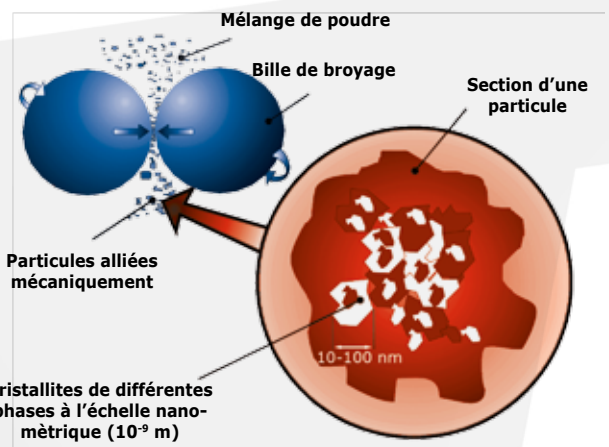


Fig. 1 : Principe de la mécanosynthèse

LA MÉCANOSYNTHÈSE DANS LES BROYEURS À BILLES

Mais comment faire s'il n'est pas possible d'allier les composants par fusion ? Si par exemple, les températures de fusion nécessaires sont tellement différentes que l'un des composants est déjà évaporé depuis longtemps alors que l'autre se met à fondre ? À la fin des années 60, des alliages de ferro-nickel très résistants aux hautes températures ont été réalisés pour la première fois par mécanosynthèse. Pour ce type d'alliage, les composants sous forme de poudre sont liés entre eux par des processus cinétiques intensifs (fig. 1).

Les broyeurs planétaires à billes et le broyeur à billes haute énergie E_{max} fournissent les apports d'énergie nécessaires par une puissante force d'impact. Sous l'effet de la contrainte mécanique, les fines particules entre les billes se déforment plastiquement et se soudent entre elles. Le broyeur planétaire à billes PM 400 MA génère une énergie d'impact particulièrement grande du fait de son rapport de transmission de 1:-3 et convient donc parfaitement pour la mécanosynthèse.

MÉCANOCHIMIE

Les forces mécaniques générées dans le broyeur planétaire à billes conviennent aussi pour la branche de la chimie dite verte, aussi appelée mécano-chimie. **L'effet d'impact fournit l'énergie d'activation nécessaire aux réactions chimiques.** Ainsi, des réactions chimiques complexes nécessitant normalement le recours à des solvants peuvent se dérouler sans aucun solvant. Les types de réaction sont très variés, depuis les halogénations oxydatives ou des réactions de Diels-Alder jusqu'aux formations d'énamines, synthèses de glycosides ou même réactions régio-sélectives simples. La mécano-chimie permet par ex. la déhalogénéation réductrice des déchets (Dehalogenation By Mechanochemical Reaction - DMCR), ce qui ne serait guère possible avec des méthodes conventionnelles.

Dans un premier temps, les particules obtenues de cette façon sont plutôt grandes. Des structures largement défectueuses telles que des dislocations, vides et contraintes dans les réseaux cristallins de chacune des particules entraînent une augmentation du taux de diffusion de leurs atomes et provoquent une fragilisation accrue favorable à la fissuration et ensuite à la rupture de la particule. La diffusion est soutenue par la température élevée, générée par les forces de friction dans le bol de broyage. Un modèle de

calcul laisse entrevoir que dans un broyeur planétaire à billes, il survient des pointes locales de température de 700 à 1800 K et des pointes de pression de plusieurs milliers d'atmosphères^[1]. Le processus de soudage et de fracture est effectué de façon continue jusqu'à l'obtention d'une homogénéisation parfaite après quelques minutes ou quelques heures. De minuscules portions cristallines de composants de départ adjacents, lesdits « nanocrystallites », se forment dans les particules de poudre (fig. 2 et 3).

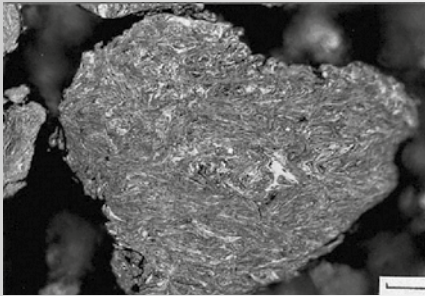


Fig. 2 : Observation au microscope optique de la section polie d'une particule de fer-tantal-cuivre (FeTaCu) allié mécaniquement après 5 h de traitement

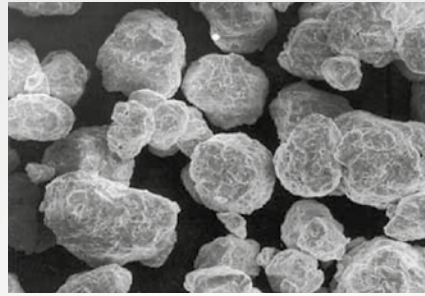
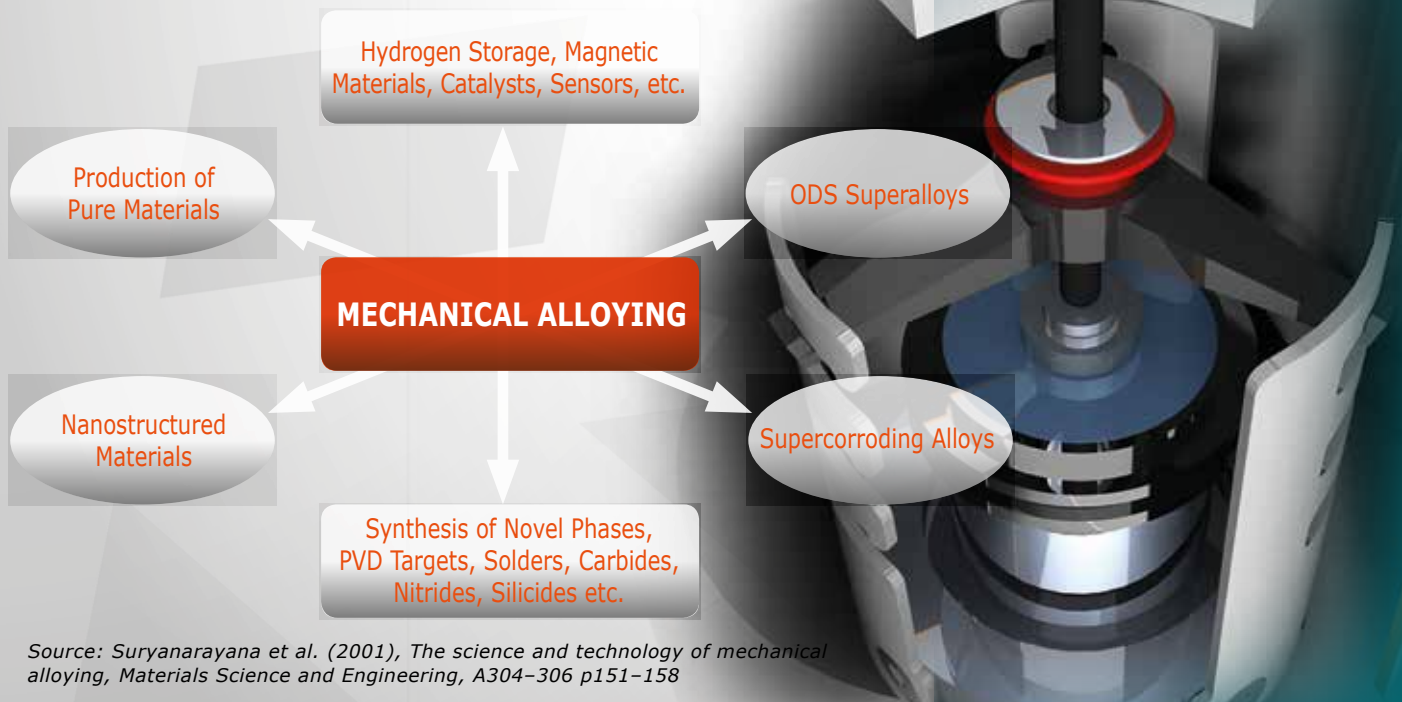


Fig. 3 : Observation au microscope électronique à balayage (MEB) d'une poudre de FeTaCu allié mécaniquement après 20 heures de traitement (vue de dessus)

De cette manière, il est possible de produire des alliages qui, pour maintes raisons, ne peuvent pas être obtenus avec la méthode classique de fusion de la métallurgie. Pour ce faire, il est billes de RETSCH assurent l'apport énergétique nécessaire à la mécano-synthèse. Pour la réaction en atmosphère contrô-

lée et en atmosphère inerte, les bols de broyage « confort » de la série PM peuvent être équipés d'un système de verrouillage de sécurité et d'un couvercle de mise en gaz. Le broyeur à billes haute énergie E_{max} réunit lui aussi tous les atouts requis pour la mécano-synthèse.

[1]Urakaev FK (2000), Powder Technology 200, 107, 93



Source: Suryanarayana et al. (2001), The science and technology of mechanical alloying, Materials Science and Engineering, A304-306 p151-158

LE BROYAGE COLLOÏDAL

POUR LA PRODUCTION DE NANOPARTICULES

Lesdits broyages colloïdaux ou nanobroyages sont en principe effectués par voie humide. La réduction de la taille de particules déjà très fines par l'application de forces mécaniques nécessite un apport d'énergie élevé tel qu'il est fourni dans les broyeurs planétaires à billes ou dans l' E_{max} de RETSCH. D'autres critères importants pour un nanobroyage efficace sont le choix d'une garniture de broyage appropriée et une charge de billes optimale.

PRÉ-BROYAGE

Suivant la taille initiale et la finesse finale désirée, il est parfois préférable de pré-broyer. Pour les broyages à sec avec des billes de $\varnothing > 3$ mm, la charge des bols de broyage correspond normalement à un tiers de billes et un tiers de matière à broyer. L'échantillon ainsi fragmenté est ensuite utilisé pour le broyage colloïdal proprement dit.



Bol de broyage « confort » pour la série PM avec système de verrouillage de sécurité, couvercle de mise en gaz

CONSEILS POUR LE BROYAGE COLLOÏDAL

Avec les broyeurs planétaires à billes et le nouvel E_{max} , RETSCH propose deux types de broyeurs à billes qui fournissent l'apport d'énergie nécessaire aux broyages colloïdaux jusqu'à l'échelle nanométrique.

L'idéal pour cette application est le recours à des bols et billes de broyage en matériau résistant à l'usure comme l'oxyde de zirconium. **Le bol de broyage est rempli jusqu'à 60 % de son volume de billes de 0,5 à 3 mm** de diamètre, ce qui garantit un grand nombre de points de friction. L'échantillon en soi correspond à environ un tiers du volume du bol. **Pour lui donner une consistance pâteuse**, on ajoute un dispersant approprié (eau, isopropanol, tampon, par ex.). Les conditions pour un broyage colloïdal sont ainsi optimales.

CONSISTANCE

Dans le cas d'échantillons ayant tendance à gonfler pendant le broyage humide, la consistance du mélange échantillon-billes doit être contrôlée tout au long du broyage. Au besoin, le mélange peut encore être dilué par ajout d'un agent

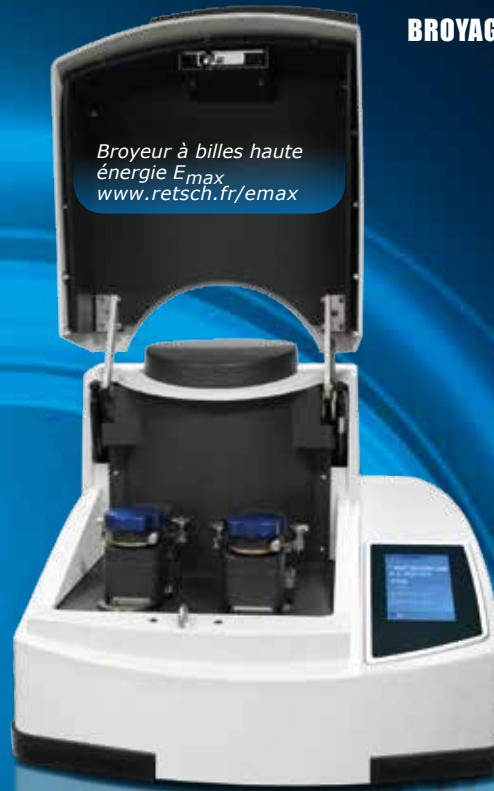
Si la finesse à atteindre est très élevée, il peut s'avérer judicieux de procéder ensuite à un second broyage colloïdal avec des billes de $\varnothing 0,1$ à $0,5$ mm, surtout si des billes de $\varnothing 2$ à 3 mm ont été utilisées pour le premier broyage (la bille doit être 3 fois plus grosse que la taille des particules de matière initiale). Afin de séparer ensuite les billes de la matière échantillon, ce mélange échantillon-billes est placé sur un tamis approprié (ouverture de maille 20 à 50 % plus petite que les billes) avec fond de collecte. Pour le broyage colloïdal ultérieur, il convient de remplir 60 % du bol avec les petites billes. La suspension obtenue à l'issue du pré-broyage est mélangée délicatement avec les billes de broyage jusqu'à obtention d'une consistance pâteuse.

dispersant. Si on sait que l'échantillon a une forte tendance à gonfler, il convient de le diluer avant de procéder au broyage en mélangeant par ex. la moitié de la quantité d'échantillon normalement utilisée au même volume de dispersant.

RETRAIT DU BOL DE BROYAGE

Le broyage étant terminé, il faut être très prudent pour retirer le bol du broyeur planétaire à billes étant donné que sa température peut excéder 150 °C du fait de l'énergie de friction générée. Comme en plus, une pression s'établit à l'intérieur du bol, il est conseillé d'utiliser un bol de broyage « confort » à **système optionnel de verrouillage de sécurité** qu'il est possible de retirer en toute sécurité. Il suffit ensuite d'attendre que le bol refroidisse. Les bols de

broyage de l' E_{max} disposent d'un système de verrouillage de sécurité intégré. Ils ont en outre l'avantage de ne pas chauffer autant que dans un broyeur à billes conventionnel du fait du système de refroidissement à l'eau efficace. Aussi bien pour la série PM que pour l' E_{max} , RETSCH propose en couvercles spéciaux de mise en gaz qui permettent de travailler en atmosphère inerte.



Choix des outils de broyage :
Taille et matériau des bols et billes, billes 3 fois plus grosses que la plus grosse particule de l'échantillon

Remplissage du bol de broyage :
60 % de billes, 30 % d'échantillon, ajout d'un dispersant jusqu'à obtention d'une consistance pâteuse

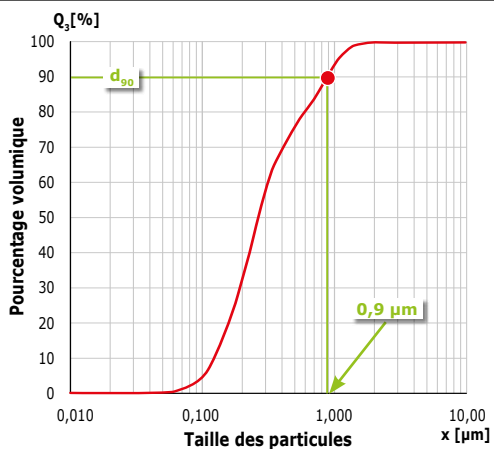
Agents dispersants :
par ex. isopropanol, éthanol, white spirit, phosphate de sodium, acide diaminopimélique

Processus de broyage

Analyse de la taille des particules

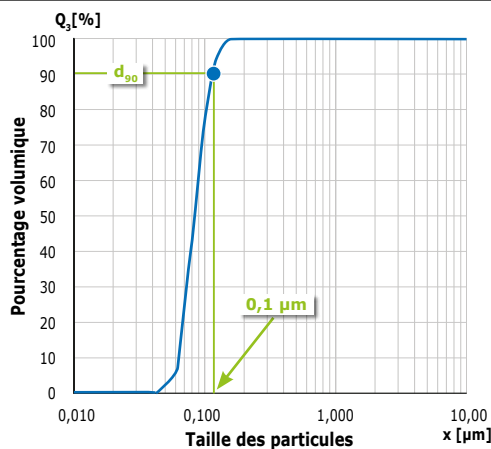
Phase de refroidissement :
Ouvrir le bol de broyage seulement lorsqu'il est à température ambiante

Broyage de roches (similaires au granite) dans le PM 100



Un bol de broyage de 50 ml en oxyde de zirconium a été rempli avec 30 ml de billes en oxyde de zirconium de Ø 2 mm. 21 g de matière échantillon (soit environ 17 ml et donc un tiers du volume du bol) ainsi que 15 ml d'eau ont été ajoutés et le tout mélangé jusqu'à obtention d'une consistance pâteuse. Après 2 heures de broyage à une vitesse de 550 min⁻¹ dans le PM 100, la valeur d₉₀ était de 0,9 µm.

Broyage d'oxyde d'aluminium dans l'E_{max}



Une suspension de 20 % en poids d'oxyde d'aluminium dans du phosphate de sodium à 0,5 % a été finement moulue dans l'E_{max}. La matière initiale présentait une finesse de 1,2 µm (d₉₀). 30 g de la suspension ont été mélangés dans un bol de 50 ml avec 110 g de billes de Ø 0,1 mm et broyées à une vitesse de 2 000 min⁻¹ pendant 30 min. La valeur d₉₀ obtenue était de 0,11 µm.

VIBRO-BROYEUR MM 400

LE POLYVALENT POUR LES PETITES QUANTITÉS

Broyage,
Mélange,
Désintégration
cellulaire

HIGHLIGHTS

- Broyage reproductible et efficace, mélange et homogénéisation en quelques secondes
- Broyage puissant et simultané jusqu'à 20 échantillons avec max. 30 Hz
- Bols de broyage hermétiques à couvercle à vis pour le broyage humide et cryogénique
- Mémorisation de 9 programmes SOP
- Bols de broyage de 1,5 ml à 50 ml, adaptateurs pour microtubes jetables
- Kit cryogénique pour le refroidissement des bols de broyage à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$

Qu'il s'agisse d'échantillons d'os ou de tissus, de cheveux, comprimés, bois, plastiques, minéraux ou produits chimiques, peu importe : le vibro-broyeur MM 400 ainsi que le modèle d'entrée de gamme MM 200 sont polyvalents, approuvés pour le broyage, le mélange et quantités d'échantillons. Ils atteignent une granulométrie finale jusqu'à $5\text{ }\mu\text{m}$ et traitent vite et en toute fiabilité aussi bien les échantillons durs, mi-durs, cassants que les échantillons tendres, élastiques ou fibreux.

Vibro-broyeur MM 400
www.retsch.fr/mm

PRÉPARATION DE MATIÈRES VÉGÉTALES

Les plantes sont utilisées de maintes façons, par ex. comme denrées alimentaires mais aussi pour la fabrication du papier ou la production de combustibles secondaires. Du fait de leurs composants ligneux tels que la lignine, les plantes sont souvent fibreuses. La lignine est une substance très stable, susceptible de causer des problèmes dans les aliments pour animaux ou lors de la fabrication du bioéthanol. Afin de pouvoir apporter ici des améliorations bien précises, les chercheurs doivent impérativement comprendre comment la lignine

est produite dans les plantes. Une meilleure compréhension de la production de substances végétales permet de modifier le taux ou la structure de la lignine via une manipulation biotechnologique ciblée. Les plantes dont la structure de la lignine est modifiée présentent éventuellement une meilleure digestibilité favorable à l'engraissement des bovins ; ou bien le blanchiment de ces plantes pour la fabrication du papier est plus aisé et donc plus respectueux de l'environnement. Dans la recherche, la quantité de matière végétale mise à

disposition pour l'analyse est souvent réduite. Le MM 400 est le broyeur idéal pour préparer de petites quantités d'échantillon. Six morceaux de cresson sauvage (*Arabidopsis thaliana*) ont été broyés dans le MM 400 jusqu'à une finesse finale de 100 µm afin de pouvoir être analysés. Après un bref temps de broyage, l'échantillon était déjà homogène, c.-à-d. qu'il n'y avait plus aucun composant grossier ni plus aucune fibre éventuellement susceptible de gêner l'analyse ultérieure.



Arabidopsis thaliana, 6 plantes (env. 2 g)



après le pré-broyage manuel



après le broyage fin dans le MM 400

Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable,
1 bille de 25 mm en acier inoxydable,
30 Hz, 2 minutes



PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU VIBRO-BROYEUR

Les bols de broyage sont soumis à des vibrations en forme d'arc de cercle sur un plan horizontal. Du fait de leur inertie, les billes de broyage dans les bols vibrants viennent frapper l'échantillon avec une grande force aux extrémités arrondies du bol. **L'échantillon est pulvérisé en l'espace de quelques secondes à quelques minutes et parfaitement mélangé.** Si les petites billes sont utilisées en grand nombre, l'effet des forces de frottement est renforcé, ce qui permet même la désintégration de cellules biologiques.

UTILISATION FLEXIBLE GRÂCE À DES ACCESSOIRES VARIÉS

Des bols de broyage de différentes tailles et dans différents matériaux rendent les vibro-broyeurs multi-usages. Les bols en acier inoxydable sont disponibles de 1,5 à 25 ml (MM 200) ou 50 ml (MM 400). Dans le cas d'applications pour lesquelles l'accent est mis sur une procédure neutre pour l'analyse, les matériaux utilisés sont le carbure de tungstène, l'oxyde de zirconium, l'agate

ou le PTFE. Grâce à leurs joints et à leurs couvercles à vis, les bols de broyage pour le MM 400 permettent une **utilisation dans des conditions cryogéniques**. Pour ce faire, RETSCH propose le CryoKit qui permet le refroidissement du bol à -196 °C dans de l'azote liquide et la fragilisation de l'échantillon à l'intérieur de celui-ci. Les vibro-broyeurs sont souvent utilisés pour la **désinté-**

gration de cellules et de tissus en vue de l'extraction d'ADN ou d'ARN. Des adaptateurs pouvant recevoir jusqu'à 20 microtubes sont disponibles à cet effet. Les paramètres de broyage tels que la fréquence et la durée de broyage se règlent en tout confort via l'écran. Jusqu'à 9 programmes SOP peuvent être mémorisés afin de simplifier les broyages de routine.

Conclusion

Les vibro-broyeurs MM 400 et MM 200 de RETSCH sont des appareils de paillasse compacts et polyvalents, spécialement conçus pour le broyage de petites quantités d'échantillon. Ils mélangent et homogénéisent des poudres et des suspensions en quelques secondes et conviennent par ailleurs parfaitement pour la désintégration cellulaire.

CRYOMILL

BROYER PAR GRAND FROID

Le broyage cryogénique est la seule méthode permettant d'atteindre la finesse requise pour un grand nombre d'analyses de matériaux durs et élastiques ou d'échantillons à composants volatils. Du fait du refroidissement important à l'azote liquide jusqu'à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, ces matériaux sont fragilisés, leurs propriétés de rupture sont optimisées et il est possible de les broyer jusqu'à $5\text{ }\mu\text{m}$. Les composés volatils restent dans l'échantillon et peuvent être déterminés quantitativement. Cette manière de procéder prévient en outre l'effet thermique.

HIGHLIGHTS

- ◊ Grand apport d'énergie et granulométrie finale jusqu'à $5\text{ }\mu\text{m}$ grâce à la fréquence élevée de 30 Hz
- ◊ Pas de contact direct avec l'azote liquide pour un fonctionnement sécurisé
- ◊ Faible consommation d'azote grâce au système de recharge automatique « Autofill »
- ◊ Mémorisation de 9 programmes SOP
- ◊ Broyage aussi possible à température ambiante

Rapide,
Sécurisé,
Cryogénique



CryoMill
www.retsch.fr/cryomill

SÉCURISÉ ET FLEXIBILITÉ



Un atout appréciable du CryoMill est sa très grande sécurité d'emploi **puisque l'opérateur n'entre jamais en contact avec l'azote liquide**. L'apport en azote assuré par le système intégré de recharge automatique « Autofill » est commandé par un capteur de température si bien que la dose de LN₂ rajoutée correspond toujours exactement à la quantité requise pour le

maintien de la température à -196 °C. Le refroidissement automatique garantit le lancement du broyage seulement lorsque l'échantillon est parfaitement refroidi – **la consommation d'azote est ainsi réduite et les résultats de broyage obtenus sont reproductibles**. Avec une fréquence d'oscillation de 30 Hz, le broyeur met seulement quelques minutes pour pulvériser un grand nombre de matériaux avec une très grande efficacité. Le principal mécanisme de broyage est l'impact auquel s'ajoute le frottement, ce qui permet d'atteindre **des granulométries finales bien plus fines** que celles obtenues avec tout autre cryobroyeur similaire. Si l'énergie déployée est très importante, l'interruption du broyage peut être définie en conséquence afin de permettre à la chaleur générée par le frottement de s'échapper du bol. Le broyeur peut également fonctionner sans refroidissement à l'azote.



Grâce à la vaste gamme d'accessoires, les possibilités d'utilisation du CryoMill sont très variées. Pour l'alimentation en azote, RETSCH propose un **réservoir de LN₂ de 50 litres** doté d'une valve de sécurité. Les bols de broyage d'une contenance allant de 5 à 50 ml peuvent être fermés hermétiquement grâce à un couvercle à vis. Des bols de

25 ml en oxyde de zirconium ou en PTFE sont en outre disponibles pour un broyage neutre pour l'analyse. L'offre est complétée par des billes de différentes tailles et dans différents matériaux ainsi que des **adaptateurs permettant l'utilisation jusqu'à 6 microtubes de 2 ml**.

Pour la meilleure adaptation possible aux différents échantillons, le temps de pré-refroidissement et de broyage ainsi que la durée des intervalles sont librement programmables. Pendant la phase de pré-refroidissement, le bol est agité à une fréquence de 5 Hz de façon à ce que la bille reste constamment en mouvement et ne risque pas de geler dans les échantillons liquides. La mémorisation de 9 programmes (SOP) simplifie les broyages de routine. Des diodes lumineuses sur l'écran permettent un contrôle permanent du déroulement des opérations et renseignent sur l'étape de traitement en cours.

Conclusion

Le CryoMill de RETSCH s'est avéré être la solution de choix pour le broyage de matériaux thermosensibles à température de transition vitreuse en-dessous de la température ambiante. Les granulométries finales sont nettement plus fines que celles obtenues avec des broyeurs similaires. Aussi pour les matériaux à composés volatils, le Cryomill est l'appareil idéal pour la préparation d'échantillons.

Broyage doux du PET



Les bouteilles en PET sont des emballages pour boissons légers et solides très appréciés et souvent utilisés. L'eau minérale ou toute autre boisson conditionnée dans des bouteilles en PET peut toutefois contenir des traces d'acétaldéhyde nocif pour la santé. Une très faible quantité de 10 à 20 ppb de cette substance suffit déjà à altérer la qualité gustative de la boisson. Ainsi, les fabricants d'emballage et les conditionneurs de boissons pratiquent en permanence des analyses quantitatives dans le cadre de l'assurance qualité. L'acétaldéhyde étant un composé volatil, tout effet thermique de l'échantillon de PET doit impérativement être évité en amont de l'analyse. **Le cryobroyage à -196 °C est une méthode idéale pour le broyage doux et reproductible d'un échantillon à base de matériaux élastiques**. Le refroidissement tout au long du broyage prévient de manière fiable tout risque de perte d'acétaldéhyde due à la chaleur. Le cryobroyage convient parfaitement pour la préparation d'échantillons dans le cadre de contrôles de routine par chromatographie dans un laboratoire certifié.



Le **pré-broyage du matériau PET** flexible est effectué dans un **broyeur à couteaux approprié tel que le SM 300 de RETSCH**. Celui-ci assure un pré-broyage adéquat à une finesse d'environ 5 mm sans contrainte thermique du matériau.

Ceci étant fait, la granulométrie finale nécessaire de moins de 0,5 mm peut être aisément atteinte lors d'une deuxième étape de broyage dans le CryoMill. La durée de broyage pour un échantillon de 6 g de préformes en PET pré-broyées est de seulement 5 minutes.



Préformés en PET après un pré-broyage dans le SM 300 (au milieu) – 1 200 min⁻¹, tamis de 6 mm, rotor à action de coupe parallèle.

Et après le broyage fin dans le CryoMill (à droite) – bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 1 bille de Ø 25 mm en acier inoxydable, 30 Hz, 2 x 2 minutes avec 1 minute de refroidissement intermédiaire

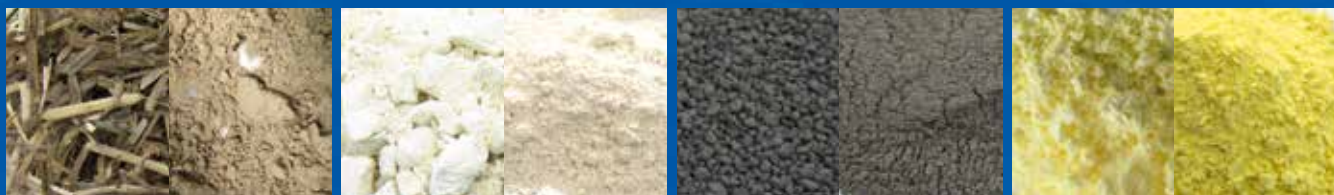
EXEMPLES D'APPLICATION

Les broyeurs à billes innovants de RETSCH satisfont et dépassent même toutes les exigences en matière de broyage rapide et reproductible jusque dans le domaine nanométrique. Ils sont utilisés pour les applications les plus courantes, du traitement de routine de maints échantillons jusqu'au broyage colloïdal, en passant par le développement de matériaux avancés.



BROYEURS PLANÉTAIRES À BILLES

Échantillon	Accessoires	Paramètres	Quantité chargée	Finesse finale
Boues d'épuration	Bol de broyage de 500 ml en acier inoxydable, 25 billes de 20 mm en acier inoxydable	500 min ⁻¹ , 8 min	172 g	<110 µm
Catalyseurs	Bol de broyage de 250 ml en oxyde de zirconium, 15 billes de 20 mm en oxyde de zirconium	450 min ⁻¹ , 2 min	130 ml	<63 µm
Cendre	Bol de broyage de 500 ml en oxyde de zirconium, 1 100 g de billes de 1 mm en oxyde de zirconium, 120 ml d'eau	600 min ⁻¹ , 2 h	100 g	<1,3 µm
Céramiques	Bol de broyage de 500 ml en oxyde de zirconium, 25 billes de 20 mm en oxyde de zirconium, quelques gouttes d'isopropanol	280 min ⁻¹ , 20 min	250 g	<20 µm
Minéraux	Bol de broyage de 500 ml en oxyde de zirconium, pré-broyage avec 8 billes de 30 mm en oxyde de zirconium, broyage fin avec 160 billes de 30 mm en oxyde de zirconium	400 min ⁻¹ , 3 min et 20 min	150 g	<45 µm
Oxyde de manganèse	Bol de broyage de 250 ml en oxyde de zirconium, 550 g de billes de 2 mm en oxyde de zirconium, 100 ml de NaPO ₃ à 0,5 %	480 min ⁻¹ , 2 h	40 g	<0,7 µm
Paille	Bol de broyage de 500 ml en oxyde de zirconium, 160 billes de 10 mm en oxyde de zirconium	400 min ⁻¹ , 75 min	50 g	<50 µm
Polymère semi-cristallin	Bol de broyage de 50 ml en oxyde de zirconium, 110 g de billes de 2 mm en oxyde de zirconium, 20 ml d'eau	530 min ⁻¹ , 2 h	2 g	<0,6 µm
Super-absorbant	Bol de broyage de 500 ml en oxyde de zirconium, 160 billes de 10 mm en oxyde de zirconium	280 min ⁻¹ , 30 min	100 g	<50 µm



BROYEUR À BILLES HAUTE ÉNERGIE E_{max}

Échantillon	Accessoires	Paramètres	Quantité chargée	Finesse finale
Al ₂ O ₃	Bol de broyage de 50 ml en oxyde de zirconium, 110 g de billes de 0,1 mm en oxyde de zirconium, dans sodium phosphate à 0,5 %	2.000 min ⁻¹ , 15 min	23 g 20% en poids de la suspension	<0,14 µm
Charbon	Bol de broyage de 125 ml en acier, 54 billes de 10 mm en acier inoxydable	1,500 min ⁻¹ , 10 min	26 g	<17 µm
Graphite	Bol de broyage de 50 ml en oxyde de zirconium, 110 g de billes de 1 mm en oxyde de zirconium, 13 ml d'isopropanol	2.000 min ⁻¹ , 8 h	5 g	<1,7 µm
Pigments TiO ₂	Bol de broyage de 50 ml en oxyde de zirconium, 110 g de billes de 0,1 mm en oxyde de zirconium, 15 ml de phosphate de sodium à 1 %	2.000 min ⁻¹ , 30 min	10 g	<0,087 µm
Quartz	Bol de broyage de 125 ml en acier inoxydable, 18 billes de 15 mm en acier inoxydable	1.000 min ⁻¹ , 30 min	66 g	<16 µm



Les vibro-broyeurs RETSCH se prêtent parfaitement au broyage et à l'homogénéisation d'échantillons de matières diverses. Que les matériaux soient durs, mi-durs, tendres, cassants, élastiques ou fibreux, les broyeurs permettent un broyage à sec, par voie humide ou cryogénique.

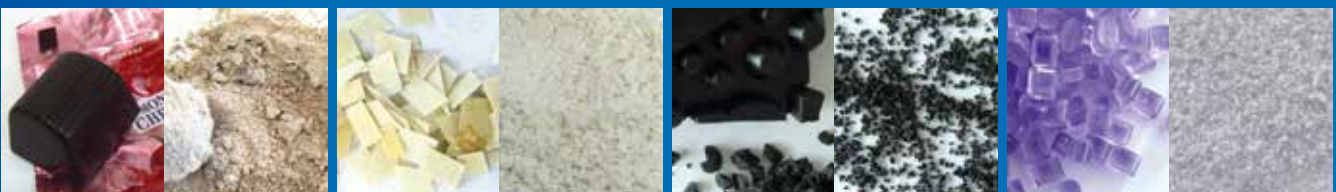
VIBRO-BROYEUR MM 400

Échantillon	Accessoires	Paramètres	Quantité chargée	Finesse finale
Alliage à base de chrome	Bol de broyage de 25 ml en WC, 3 billes de 20 mm en WC	30 Hz, 2 min	20 g	<250 µm
Bois	Adaptateur MM pour 5 microtubes de 2 ml en PTFE, 3 billes de 7 mm en acier inoxydable	30 Hz, 3 min	1 morceau	<200 µm
Comprimés	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 6 billes de 12 mm en acier inoxydable	30 Hz, 5 min	15 g	<150 µm
Insectes	Adaptateur MM pour 5 microtubes de 2 ml en PTFE, 0,5 g de billes en verre (0,75 à 1 mm)	30 Hz, 3 min	1-2 fragments	homogénéisé
Mousse	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 3 billes de 15 mm en acier inoxydable	30 Hz, 3 min	1 g	<150 µm
Tissu de grenouille	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 3 billes de 12 mm en acier inoxydable, échantillon et bol de broyage pré-refroidis dans de l'azote liquide	30 Hz, 2 min	10 g	homogénéisé



CRYOMILL

Échantillon	Accessoires	Paramètres	Quantité chargée	Finesse finale
Caoutchouc	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 1 bille de 25 mm en acier inoxydable, 10 min de pré-refroidissement	30 Hz, 2 min	4 g	<1 mm
Chocolat	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 1 bille de 25 mm en acier inoxydable, 10 min de pré-refroidissement	30 Hz, 2 min	1 morceau	<0,5 mm
Granulés de PET	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 1 bille de 25 mm en acier inoxydable, 10 min de pré-refroidissement	25 Hz, 8 x 4 min, 30 sec d'intervalle	10 g	<350 µm
Papier	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 1 bille de 25 mm en acier inoxydable, 6 min de pré-refroidissement	25 Hz, 8 x 2 min, 30 sec d'intervalle	4 g	<400 µm
Semelle de chaussure	Bol de broyage de 50 ml en acier inoxydable, 1 bille de 25 mm en acier inoxydable, 10 min de pré-refroidissement	30 Hz, 4 x 2 min, 1 min d'intervalle	6 g	<400 µm



RETSCH

RETSCH FAIT REFERENCE

DANS LA PREPARATION ET LA CARACTERISATION DE SOLIDES

RETSCH est un fournisseur leader mondial de solutions pour le broyage, l'homogénéisation et la mesure des particules de solides dans le cadre du contrôle de la qualité.

BROYER

- Concasseurs à mâchoires
- Broyeurs à rotor
- Broyeurs-mixeurs à couteaux
- Broyeurs à couteaux
- Broyeurs à disques
- Broyeurs à mortier
- Vibro-broyeurs
- Broyeurs à billes

MESURER LES PARTICULES

- Tamiseuses
- Tamis d'analyse
- Logiciel d'évaluation
- Analyse de la taille et de la forme des particules par traitement dynamique des images (RETSCH TECHNOLOGY)

ASSISTER

- Diviseurs d'échantillons
- Goulottes d'alimentation
- Sécheur à lit fluidisé
- Bains à ultrasons
- Presses à pastiller



VERDER
scientific

CARBOLITE ELTRA **Retsch** **Retsch**
TECHNOLOGY

En tant que Division du groupe VERDER, VERDER SCIENTIFIC fait figure de référence en matière de développement, fabrication et distribution d'équipements de laboratoire et d'analyse. Ces équipements sont mis en œuvre dans les domaines contrôle de qualité, recherche et développement pour la préparation d'échantillons et l'analyse de solides.