



**Retsch GmbH**  
Retsch-Allee 1-5  
D - 42781 Haan

Telefon 02104/2333-100  
E-Mail [info@retsch.de](mailto:info@retsch.de)

[www.retsch.de](http://www.retsch.de)

# REPRODUZIERBARKEIT MECHANOCHEMISCHER REAKTIONEN IN DER SCHWINGMÜHLE MM 400

**Die RETSCH Schwingmühle MM 400 ist eine vielseitige Laborkugelmühle, die Pulver und Suspensionen in Sekundenschnelle mischt und homogenisiert. Sie eignet sich auch hervorragend für den Aufschluss von biologischen Zellen. Die MM 400 wurde komplett überarbeitet und um einige neue Funktionen und Zubehörteile ergänzt. Zu den Verbesserungen gehören eine längere Mahldauer, die Speicherung von Programmen und eine reduzierte Geräusentwicklung. Es ist nun möglich, die Mühle bis zu 99 Stunden lang zu betreiben, was eine deutliche Steigerung gegenüber den 99 Minuten des Vorgängermodells darstellt. Dies ist besonders für Anwendungen in der Mechanochemie von Vorteil, bei denen lange Prozesszeiten erforderlich sind.**

Die Reproduzierbarkeit ist ein Grundprinzip der wissenschaftlichen Forschung und unerlässlich, um die Glaubwürdigkeit und Zuverlässigkeit wissenschaftlicher Ergebnisse zu gewährleisten. Sie ermöglicht es den Forschern, die Ergebnisse veröffentlichter Studien zu überprüfen und die Evidenzbasis zu stärken. Die Reproduzierbarkeit ist nicht nur wichtig, um die Korrektheit der Ergebnisse zu gewährleisten, sondern auch um die Transparenz des Forschungsprozesses sicherzustellen. Das Erreichen der Reproduzierbarkeit kann jedoch aufgrund natürlicher Schwankungen der Versuchsbedingungen, menschlicher Fehler und anderer Faktoren eine Herausforderung sein. Die neue MM 400 wurde hinsichtlich der Reproduzierbarkeit innerhalb einer mechanochemischen Reaktion getestet, wobei nachgewiesen wurde, dass sie eine ausgezeichnete Reproduzierbarkeit für beide Mahlstellen, während mehrerer Wiederholungen und auch zwischen verschiedenen Geräten aufweist.

### Reproduzierbarkeit von Mahlergebnissen vor der qualitativen Analyse

Eine typische Anwendung der MM 400 ist die Homogenisierung von harten und spröden Proben wie Klinker oder Kies in weniger als 2 min. Nach 2 min Mahlen bei 28 Hz, 29 Hz oder 30 Hz traten nur geringe Unterschiede in der Endfeinheit auf. Daher wurde die Mahldauer drastisch auf 10 s reduziert, um die sehr gute Reproduzierbarkeit zwischen der linken und der rechten Mahlstation zu zeigen. Es wurde eine sehr geringe Standardabweichung festgestellt (Mittelwert von 5 verschiedenen Mahlungen und Messungen). Der Einfluss des Energieeintrags und der Frequenz wird bei dieser sehr kurzen Mahldauer deutlich - die erhaltenen Partikel werden mit zunehmender Frequenz feiner.

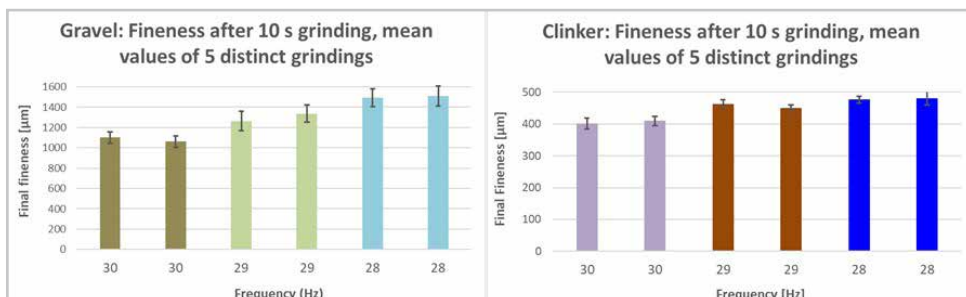


Abbildung 1: Endfeinheit von Kies bzw. Klinker nach 10 s Mahlen bei verschiedenen Frequenzen, linke und rechte Mahlstation, Mittelwert von jeweils 5 Mahlungen und Messungen. Es zeigt sich eine gute Reproduzierbarkeit zwischen den beiden Mahlstellen mit sehr geringer Standardabweichung.

Eine Frage ist von großer Bedeutung, um reproduzierbare und zuverlässige Ergebnisse zu gewährleisten: Wenn eine bestimmte Frequenz eingestellt ist, z.B. 30 Hz - wie hoch ist die tatsächliche Frequenz bei der Vermahlung? Und wie stark ändert sich diese mit der Zeit? Zuverlässige und reproduzierbare Ergebnisse können nur dann erzielt werden, wenn sich die Frequenz im Laufe der Zeit nicht verändert, z. B. durch Verschleiß des Antriebs. Wenn der Anwender 30 Hz einstellt, tatsächlich aber nur 29 Hz oder noch weniger erreicht werden, wirkt sich das a) direkt auf die Ergebnisse aus und b) verändern sich die Ergebnisse mit der Zeit. Die nach sehr kurzen Mahldauern angezeigten Ergebnisse könnten als "künstlich" angesehen werden, aber sie beweisen, wie wichtig eine gut kalibrierte Mühle ist, die die eingestellte Geschwindigkeit beibehält. Nach längeren Mahldauern werden die Unterschiede vernachlässigbar, und es ist sogar fraglich, ob eine etwas größere oder kleinere Partikelgröße die späteren Analyseergebnisse tatsächlich beeinflusst.

Wir zeigen die Bedeutung einer zuverlässigen Mühle anhand eines Anwendungsfalls, bei dem lange Mahldauern für mechanochemische Reaktionen erforderlich sind. Hier können Unterschiede in der eingestellten Frequenz die Ausbeute der Reaktion direkt beeinflussen.

### Reproduzierbarkeit der MM 400 und Einfluss der Frequenz auf eine mechanochemische Reaktion



Besonderer Dank gilt Professor Claudia Weidenthaler und ihrer Gruppe, MPI für Kohleforschung, Mülheim an der Ruhr, für die Bereitstellung der experimentellen Arbeiten und Ergebnisse, die die hervorragende Reproduzierbarkeit der MM 400 für anspruchsvolle Anwendungen wie die Mechanochemie belegen. Es konnte nachgewiesen werden, dass auch geringe Variationen der Frequenz von 30 Hz auf 29 Hz oder 28 Hz einen Einfluss auf die Ausbeute der Reaktion haben. Grundsätzlich ist es von Interesse, dass die Schwingmühle einen eingestellten Wert, z.B. 30 Hz, beibehält und nicht davon abweicht. Diese Voraussetzung erfüllt die neue MM 400, die mit einem Kalibrierungsprotokoll geliefert wird.

Die Reaktion  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + \text{ZnO} \rightarrow \text{ZnAl}_2\text{O}_4$  erfolgte in der MM 400 mit 25-ml-Mahlbechern und 2 x 15-mm-Mahlkugeln. 1 g Edukte wurde in die Becher gegeben und die Reaktion wurde 30 Minuten lang bei 28 Hz, 29 Hz und 30 Hz durchgeführt, jeweils 5 Mal. Die Produkte wurden mittels XRD charakterisiert und zeigten deutlich, dass selbst eine kleine Variation der Frequenz die Ausbeute beeinflusst, da das Ergebnis bei 28 Hz gering und bei 30 Hz am besten war.

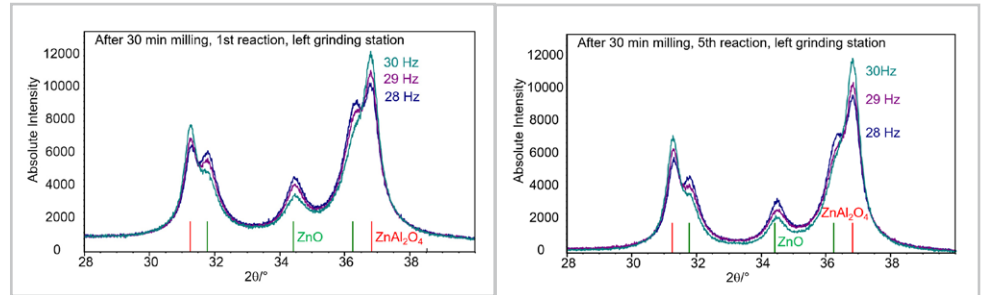
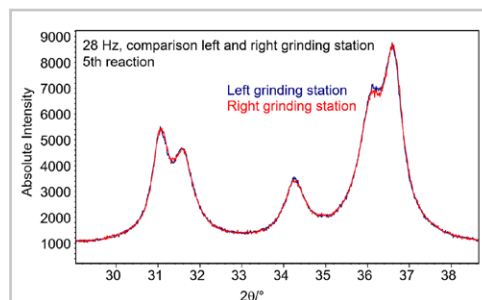


Abbildung 2: XRD-Muster nach der mechanochemischen Reaktion  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + \text{ZnO} \rightarrow \text{ZnAl}_2\text{O}_4$ : Linke Mahlstation bei 28 Hz, 29 Hz und 30 Hz, Ergebnisse nach der ersten Reaktion (linkes Diagramm) und der fünften Reaktion (rechtes Diagramm).



Der Vergleich zwischen der linken und der rechten Mahlstation zeigt hochgradig reproduzierbare Ergebnisse, wie zum Beispiel bei 28 Hz, die fünfte Vermahlung.

Abbildung 3: XRD-Muster nach mechanochemischer Reaktion bei 28 Hz, Vergleich linke und rechte Mahlstation, jeweils 5. Vermahlung.

Die nahezu perfekte Reproduzierbarkeit der verschiedenen mechanochemischen Reaktionen ist in Abbildung 4 dargestellt, wiederum für die linke und rechte Mahlstation separat. Die relativen Intensitäten des XRD-Diagramms sind fast gleich, wenn man die 5 Versuche bei beispielsweise 30 Hz vergleicht. Interessanterweise weist die erste Reaktion mit einem neuen Mahlbecher und neuen Kugeln geringfügige Abweichungen auf, danach stimmen die Reflektionen perfekt überein.

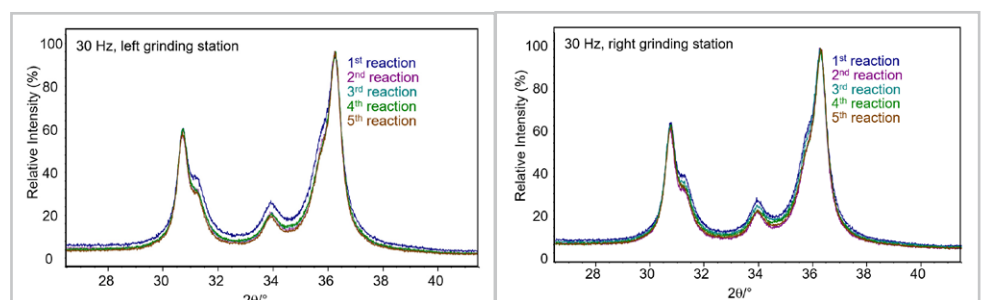


Abbildung 4: XRD-Muster nach mechanochemischer Reaktion bei 30 Hz, links: linke Mahlstation, 1. bis 5. Reaktion; rechts: rechte Mahlstation, 1. bis 5. Reaktion

Drei Monate später wurde eine sechste Reaktion durchgeführt, wiederum mit identischen, reproduzierbaren Ergebnissen wie bei den Versuchen mit 30 Hz (Abbildung 5, linkes Diagramm). Dies zeigt, dass die im Laufe der Zeit mit einer MM 400 erzielten Ergebnisse zuverlässig und reproduzierbar sind, auch wenn das Gerät stark beansprucht wird. Anschließend wurden die Versuche mit einer anderen MM 400 durchgeführt, um die Ergebnisse zwischen den beiden Mühlen zu vergleichen. Auch hier konnte die ausgezeichnete Reproduzierbarkeit für die 5 Versuche, die bei 30 Hz durchgeführt wurden, sowohl für die linke als auch für die rechte Mahlstation nachgewiesen werden (Abbildung 5, rechtes Diagramm). Die erste Maschine zeigte über die 5 Reaktionszyklen eine Ausbeute von 16,4 % ( $\pm 0,3$  %) für den linken Becher und 16,0 % ( $\pm 0,3$  %) für den rechten Becher. Die zweite Maschine lieferte für beide Gefäße eine Ausbeute von 15,0 % ( $\pm 0,3$  %) (Abbildung 6).

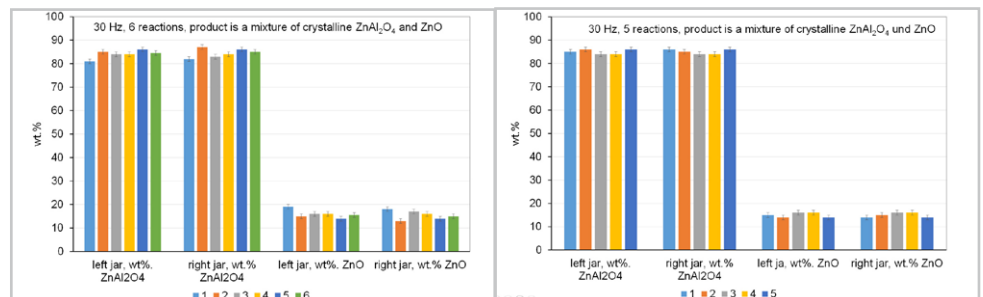


Abbildung 5: Das linke Diagramm zeigt die Langzeitstabilität der MM 400, da die Ausbeute der mechanochemischen Reaktion auch nach dreimonatiger intensiver Nutzung der Mühle im sechsten Ansatz reproduzierbar ist (vergleichbare Gewichtsprozente von Edukten und Produkt). Rechtes Diagramm: Identische Ergebnisse (Gewichtsprozent der Edukte und des Produkts) und Reproduzierbarkeit werden mit einem anderen MM 400-Modell erzielt.

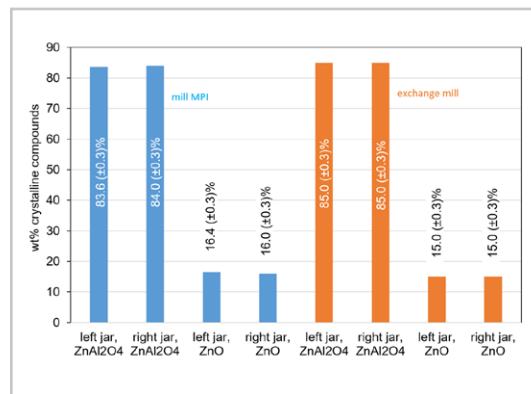


Abbildung 6: Nahezu identische Ergebnisse (Gewichtsprozent der Edukte und des Produkts) und Reproduzierbarkeit werden mit einem anderen MM 400-Modell erzielt.