

## ボールミル特集

ナノ粉砕からメカノケミカルまで



レッチェがミキサーミル史上初めて、ナノ領域まで粉砕が可能な新製品ミキサーミルMM500 NANO

ミキサーミル MM 500 NANO

[www.retsch.jp/mm500nano](http://www.retsch.jp/mm500nano)



日本の読者の皆様へ

数ある粉砕機の中でも、ボールミルは硬いものから柔らかいもの等、性質の異なる試料も効率よく微粉砕できるので、幅広い用途、分野で使われています。

ボールミルは粉砕方式、容器とボールの材質、容量、及び時間、回転数などの組み合わせにより、幾通りもの条件で粉砕を行えるのが大きな魅力です。分析試料の作製だけではなく、ナノ粉砕や複数の材料を合成するメカノケミストリー、メカニカルロイニングなど新材料の創製にも使用されています。

レッチェがボールミルの製品群を充実させる理由はそこにあります。本誌では単にボールミルの方式や機種のご紹介にとどまらず、適正なボールの投入量や、希望とする粉砕粒度を得る為の方法など、ボールミル粉砕のレシピまで掘り下げています。

このたび新たにレッチェのボールミル製品群にミキサーミルMM500 NANOが加わります。従来型のミキサーミルが持つ優位点と使いやすさはそのまま、遊星ボールミルなどが持つパワフルな粉砕力を兼ね備えました。35Hzの振とう数はミキサーミルとしては類を見ない強力な粉砕力です。また、発熱も抑えて長時間の連続運転にも対応するので、合成実験などの用途にも新しい活路を見いだせる唯一無二のボールミルです。

それでは、レッチェボールミル特集号「the sample 44」を最後までお楽しみください。

ヴァーダー・サイエンティフィック会長  
DR. JUERGEN PANKRATZ

PREMIUM QUALITY

MADE IN GERMANY

# 目次 ボールミル



あなたの本当に欲しいボールミルが見つかる！多くのアプリケーションに対応したレッチェのボールミル

04 - 05



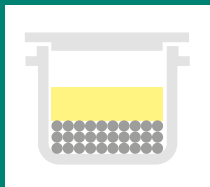
ボールミルテクノロジーの新発明  
ミキサーミル MM 500

06 - 09



-196℃を維持した凍結粉砕  
クライオミル

10 - 11



ボールミル粉砕成功の為の適切な容器とボールの選択方法

12 - 13



微量/少量粉砕のオールラウンダー  
ミキサーミル MM 400

14 - 17



信頼と安定のスタンダードタイプ  
遊星ボールミル

18 - 19



ボールミル最強の粉砕力×冷却機能  
高エネルギーボールミル Emax

20 - 21



結晶格子構造を壊さずに粉砕  
XRD-MILL マックローン

22



大スケールの粉砕  
ドラムミル TM 300

23

[www.retsch.jp/downloads](http://www.retsch.jp/downloads) でボールミルに関するウェブセミナー"USEFULTIPS FOR EFFICIENT GRINDING PROCESSES IN LABORATORY BALLMILLS" (録画・英語) やボールミル粉砕に関するホワイトペーパーのダウンロードを行えます。

# ボールミルを使ったメカノケミカル反応

溶媒を使わずに化学反応を誘起するメカノケミカル反応は、サステナビリティとグリーンケミストリーの観点からも、時代に即した手法として注目されています。大量生産性においても、溶媒による反応の相当量も上回り、後処理工程もより簡単であるというメリットもあります。メカノケミカル反応は、将来的には持続可能なエネルギーの基礎となる大きな可能性がある手法です。

化学反応の誘起には、様々な種類のエネルギーが用いられています。最もよく知られている化学反応としては、熱化学（加熱によって供給されるエネルギー）、電気化学（電流によって供給されるエネルギー）、および光化学（光波によって供給されるエネルギー）などが挙げられます。そして、あまり知られていない形態として、メカノケミカル反応（衝撃力とせん断によって供給されるエネルギー）があります。

21世紀は、化学反応の環境への影響に対する意識が高まり、化学者は溶媒の代替品を検討し始め、それらのいくつかは完全に回避しようとしてきました。機械的な力により化学反応を促すメカノケミストリーは有機化学など分野で徐々に勢いを増し、クロスカップリング、酸化、還元、ペリ環状反応などの主要反応がボールミルにより移行できることがすぐに示されました。かつて使用されていた乳棒乳鉢とは異なり、ボールミルは反応条件の正確な制御、さまざまなエネルギー入力、密閉容器内での反応の可能にしました。これらの反応に一般に使用されるミルは、2mlから500mlまでの粉碎ジャーを備えた遊星ボールミルおよびミキサーミルです。メカノケミストリーにおいてボールの選択は非常に大切です。ボールは反応を促進し、反応層を取り除くことにより、新生表面を創生します。ボール径が小さすぎると、粉碎エネルギーも弱まるのと同時にボールには凝集した粉体が付着する傾向があります。

[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.

ボールが大きすぎると、反応は促進されますが、反応性衝突の量はかなり少なく、反応生成物は粒子表面から効率的に除去されず、反応速度が小さくなります。適切なボールは直径5~15 mmの範囲であれば、上記を補うことができます。ジャーとボールの材質は、メカノケミカル反応にとって非常に重要です。酸化ジルコニウムやステンレススチールなどの材質は、化学物質に対する耐性があり、過度の摩耗を避けるためによく使用される材質です。

## メカノケミカル反応はどのようにして働くか？

メカノケミカル反応では、粉碎エネルギーが重要な役割を果たすと考えられています。遊星ボールミルでは、せん断力が主要な粉碎エネルギーとなりますが、ミキサーミルは衝撃力になります。どのような粉碎方式のボールミルを選択するかに加えて、科学者は、濃度や温度などの「古典的な」化学反応のパラメーターを、ボールミルに移したときに再評価する必要があります。これらは溶媒がない状態では異なるためです。興味深い結果は、スチュアートジェームズのグループによって発表されました[1]。彼らは、さまざまな温度と粉碎振とう数で化学反応の実験を行い、温度の上昇は効果がなく、振とう数（衝撃力）が反応の動力学に影響を与えることを示しました（図1）。

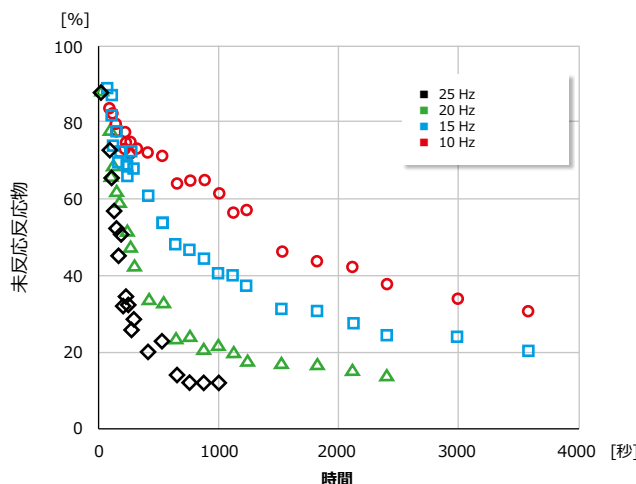


図1ミキサーミル MM 400のエネルギー入力10~25 Hzでの時間に対する未反応反応物として示される反応速度。反応速度は周波数とともに増加。

Author: Dr. Sven Grätz, postdoctoral research associate, Ruhr University Bochum, Germany, Faculty of Chemistry and Biochemistry, Chair in Inorganic Chemistry I, Prof. Borchardt

# あなたの本当に欲しいボールミルが見つかる！ 多くのアプリケーションに対応したレッチェの ボールミル

レッチェは実験用ボールミルの分野において、世界有数の製品群を誇ります。レッチェのボールミルは、「ミキサーミル」、「遊星ボールミル」、「高エネルギーボールミル」、「XRDミル」、「ドラムミル」の4方式に分類されます。ミキサーミル400は微量/少量粉砕に特化しています。乾式、湿式、凍結粉砕に対応しています。遊星ボールミルは少量・中量の試料を短時間で微粉砕します。粉砕、及び有機化学反応の用途に実績が多くあります。高エネルギーボールミル、ミキサーミルMM500 NANOは、ナノメートル領域の粉砕に最短時間で到達可能な次世代のボールミルです。

非常に強い粉砕力があるので、メカニカルアロイング、メカノケミストリー分野からも注目されています。結晶格子構造を損なわずに粉砕可能なXRDミルは、文字通りXRD分析の前処理粉砕に使用されます。ドラムミルはレッチェの製品にこれまでなかった大容量の粉砕が可能なボールミルです。

どんな要望でも、レッチェはお客様の用途に最適のボールミルをご提案します。

世界で最も広範囲なボールミル	ミキサーミル MM 400	ミキサーミル MM 500 NANO	凍結粉砕機 クライオミル
最大処理量	2 x 20 mL	2 x 45 mL	1 x 20 mL
利用可能な粉砕ジャーとボールの材質	6	4	4
乾式粉砕	✓	✓	✓
湿式粉砕	●	✓	✓
凍結粉砕	✓	✓	✓
ナノ粉砕	-	✓	-
ピース破砕	✓	-	-
メカノケミカル法	✓	✓	-
連続的な冷却 (5°C / 冷水)	-	-	-
連続的な冷却 (-196°C / 液体窒素)	-	-	✓
1つのボールによる高衝撃粉砕	✓	✓	✓
ナノ粒子を生成するために必要な時間	-	短い	-
連続長時間粉砕 (休止なし)	-	✓	-
連続長時間粉砕 (休止あり)	-	✓	-
低エネルギーでの穏やかな粉砕	-	-	-
結晶格子構造の保持 (XRD)	●	●	●
耐圧ジャー (<5 bar)	●	✓	●
完全密閉ジャー	-	✓	-
ジャーをミルに固定したままの途中サンプリング	-	✓	-
マーク: ✓ 適している   - 適さない   ● 試料と機器の設定による	14ページに掲載	6ページに掲載	10ページに掲載

- ✔ 乾式粉碎
- ✔ 湿式粉碎
- ✔ 凍結粉碎
- ✔ ナノ粉碎
- ✔ ビーズ破碎
- ✔ メカノケミストリー
- ✔ 混合

遊星ボールミル PM 100/200/300/400	高エネルギーボールミル Emax	XRD Mill マックローン	ドラムミル TM 300
			
L x 220 mL / 2 x 50 mL / 4 x 220 mL	2 x 45 mL	1 x 4 mL	1 x 20 l
7	3	3	2
✔	✔	✔	✔
✔	✔	✔	✔
●	-	-	-
✔	✔	-	-
-	-	-	-
✔	✔	-	-
-	✔	-	-
-	-	-	-
-	-	-	-
普通	とても短い	-	-
✔	✔	✔	✔
-	✔	✔	✔
✔	-	✔	✔
-	-	✔	-
●	✔	-	-
-	✔	-	-
-	-	-	-
18ページに掲載	20ページに掲載	22ページに掲載	23ページに掲載

ボールミルテクノロジーの新発明

# ミキサーミルMM500

# NANO

- ✔ 乾式粉碎
- ✔ 湿式粉碎
- ✔ 凍結粉碎
- ✔ ナノ粉碎
- ✔ メカノケミストリー
- ✔ 混合

## ミキサーミルの利便性と遊星ボールミルの粉砕力

新製品ミキサーミルMM500 NANOは、既存のミキサーミルと遊星ボールミルの長所を合わせ持っています。最大35Hzの高い粉砕力により、徐冷のための中断を伴わずナノ領域の粉砕が可能になりました。

遊星ボールミルを選択する主な理由は、試料を $<1\mu\text{m}$ にするため、長時間の高いエネルギー入力が必要な場合です（例：メカニカルアロイングやメカノケミカル）。しかし、粉砕時に発生する熱を下げるため、徐冷による中断が必要で、取り扱いもミキサーミルと比べ難しいという欠点もあります。

MM500 NANOは遊星ボールミルより操作が簡単で、温度上昇を抑えることができるので、この欠点を埋めることができます。粉砕ジャーの容量が125mLに増え、粉砕時間が最大99時間まで可能になり、遊星ボールミルほどのジャー容量（250 ml / 500 ml）が必要という事でない場合は、代替製品としてお勧めです。

## 2つの粉砕方式: 高い粉砕力 VS 高い摩擦力

粉砕ボールの個数や質量を変えることで、粉砕方式を変えることが出来ます。高い粉砕力を求めるなら、質量の大きい粉砕ボールを1つ使います。粉砕ボールがジャー内壁に試料を衝突させ粉砕します。この方式は極力細かく粉砕をしたいという事でなければ、とても効率よく粉砕することが出来ます。さらに粉砕ボールは試料サイズの3倍以上大きくなければならぬので、試料サイズが大きめな場合にも有効です。質量の大きい粉砕ボールを1つ使用する粉砕方式は、ミキサーミル特有の方式で、MM500 NANOはシリーズ最大35Hz(2100rpm)の圧倒的な粉砕力を誇ります。

小さい複数のボールを使用することで、試料、粉砕ボール、粉砕ジャーの間に、高い摩擦力を発生させることが出来ます。この方式は遊星ボールミルに似た粉砕方式で、極力細かく粉砕したい、繊維質な試料を粉砕したい場合に最適です。大きい粉砕ボールを1つ使用した場合と、小さい複数のボールを使用した場合に異なるボール挙動を示すため、大きい粉砕ボールを1つ使用して粉砕を行った方が、粉砕時の温度上昇は低く抑えることが出来ます。

### 高い衝撃力:

質量の大きいボール  
1つ



### 高い摩擦力:

小さい複数のボール



### 玄武岩

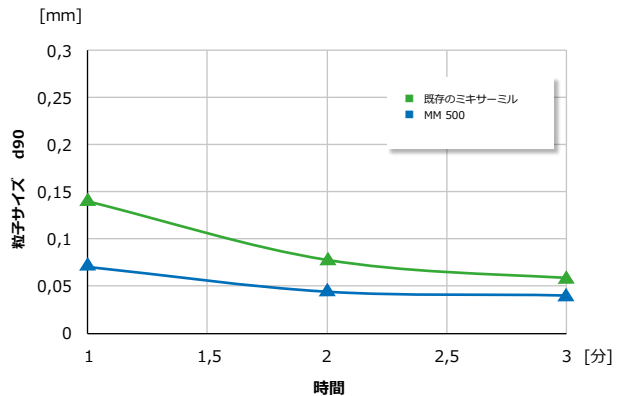
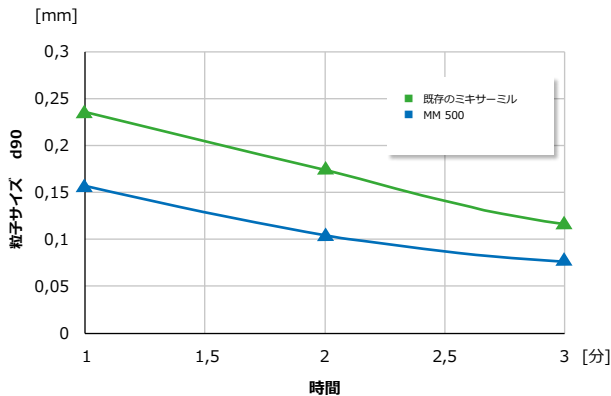


図1: 2つの粉砕方式で粉砕を行った場合の既存のミキサーミルとMM500 NANOの比較

左のグラフ: 質量の大きい粉砕ボールを1つ使用した場合、35 Hzの振とう運動で粉砕できるMM500 NANOは、30 Hzで粉砕を行った既存のボールミルよりも 同じ時間の粉砕で1.5倍細かく粉砕されました。この粉砕方式で粉砕を行った場合80mLの粉砕ジャー使用時まではグラフと同じような結果が得られますが、125mLの粉砕ジャーを使用した場合は、粉砕ボールが1つだと粉砕ジャー内部と粉砕ボールの隙間が大きすぎるので、設定した振とう数で試料の粉砕が行われず、グラフと同じような結果は得られません。

右のグラフ: 複数の小さいボールを使用して粉砕を行った場合、大きい粉砕ボールを1つ使用した場合よりも細かく粉砕を行うことが出来ます。50 mL / 80 mL / 125 mL全ての粉砕ジャーでグラフと同じような結果が得られます。この方式でも35 Hzの振とう運動で粉砕できるMM500 NANOは、30 Hzで粉砕を行った既存のボールミルよりも 同じ時間の粉砕で、より細かく粉砕されました。

## 徐冷の為の休止を必要とせずナノ粉砕ができます

ミキサーミルMM500 NANOは既存のミキサーミルの要件を全て満たしています。硬質、中硬質、軟質、脆い、伸縮性、繊維質な試料を、乾式、湿式、凍結粉砕できます。さらにMM500 NANOは、既存のミキサーミルでは不可能だった < 100nmの粉砕を行うコロイド粉砕や、メカノケミカルなどにも対応可能で、新素材開発の分野でも活躍しています。

ナノメートル領域までの粉砕を行うために長時間の粉砕が必要な場合、徐冷の為の休止を伴わず粉砕が出来るMM500 NANOは、既存の遊星ボールミルと比べ粉砕に要する時間を短縮することが出来ます。



図3：上蓋スクリーロック式粉砕ジャーは取り扱いが簡単で、すばやく開閉できます。上部が開放するジャーは、本体に固定したまま試料を取り出せるため、効率の良いサンプリングが可能です。

## 作業効率の向上

- 1 2 件の粉砕条件を登録可能。これとは別に、2つの粉砕条件の組み合わせを、設定した回数繰り返し行う（プログラムサイクル機能）プログラムを4件まで登録可能（繰り返し回数最大99回まで、総合稼働時間を99時間以内で設定可能）
- オプションでRETSCH Appを使用すると、利用者がスマートフォンかタブレットで機器の遠隔操作や、レッチェが持つ膨大なアプリケーションライブラリーへのアクセスが可能
- 上蓋を閉めるタイプの新しい粉砕ジャーは5barまでの耐圧があり、安全で、簡単な取り扱いが可能
- 他のボールミルと違い、上部が開放するジャーは、本体に固定したまま試料を取り出せるため、効率の良いサンプリングが可能

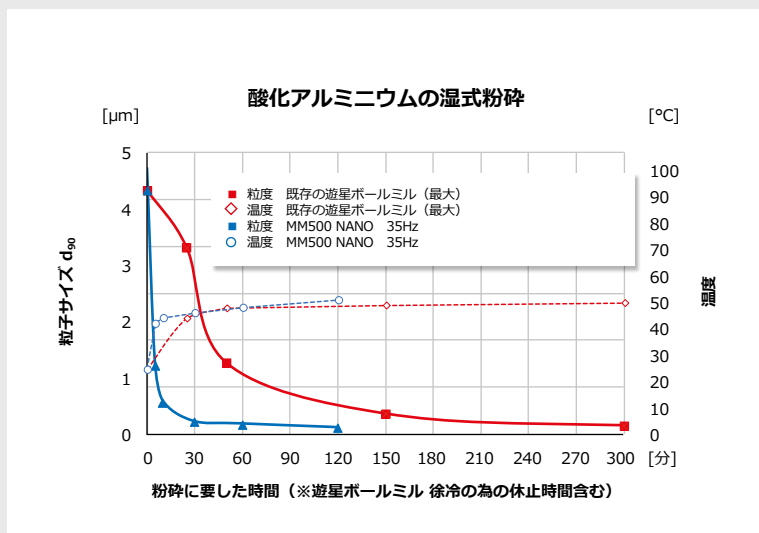


図2は酸化アルミニウムの湿式粉砕中の粒子サイズと温度を示しています。MM500 NANOは徐冷の為の休止を伴わず粉砕が出来るので、運転時間がそのまま粉砕に要した時間になります。MM500 NANOは2時間で0.14μmまで粉砕が出来ましたが、遊星ボールミルは徐冷の為の休止時間含め、5時間の粉砕で0.18μmまでの粉砕となりました。

## 粉砕例：ゴムの凍結粉砕



粉砕前：8mm



粉砕後：0.7mm

液体窒素を使って試料を脆化させ粉砕を行う場合も、既存のミキサーミルとMM500 NANOの比較テストを行った場合、MM500 NANOの方が粒度が細くなります。そして、MM500 NANOは大きいサイズのジャーもあるので、既存のミキサーミルと比較しより多くの試料を一度に粉砕することが出来ます。

<粉砕例：ゴムの凍結粉砕>

粉砕時間：8分（2分ごとに中間凍結）

振とう数：35Hz

結果：MM500 NANOの方が既存のボールミルと比較し40%細かくなった。

## 上蓋スクリーロック式粉碎ジャーは、ジャー容量を最大限活用できます

上蓋スクリーロック式粉碎ジャーデザインにより、容量を最大限活用できます (図 4)。これにより既存のボールミルのように蓋部分まで試料が入ってしまうのを防ぎま

す (図 5)。特に湿式で粉碎を行う場合、容器の60%を粉碎ボールと液体で満たしますが、この方式であれば、非常に簡単に作業をとりおこなえます。

繊維質の試料の粉碎を行う場合、ジャー内部を最大限活用できることにより、問題なく粉碎ジャーに試料を収めることが出来ます。



4

MM500 NANO用粉碎ジャー  
スペースの割合  
容器容量を100%  
使用可能

5

MM400用粉碎ジャー  
スペースの割合  
容器上部：33%  
容器下部：67%



図6: 上蓋スクリーロック式粉碎ジャーは材質が4種類

### 上蓋スクリーロック式粉碎ジャーのラインナップ

容量[mL]	ステンレス	硬化鋼	ジルコニア	タングステンカーバイド
50	✓	✓	✓	✓
80	✓	✓	✓	✓
125	✓	✓	✓	

#### 特長のまとめ ポイント



ミキサーミルMM500 NANOは、既存のミキサーミルと遊星ボールミルの特長を併せ持つボールミルです。短時間で試料を細かく粉碎することができる一方で、コロイド粉碎や、メカノケミカル、メカニカルアロイングに対応した長時間運動にも対応できます。そして、使用者の安全と、簡単な操作を保証いたします。

-196℃を維持した凍結粉碎

# クライオミル

- ✔ 凍結粉碎
- ✔ 乾式粉碎
- ✔ 湿式粉碎
- ✔ ビーズ破碎
- ✔ 混合

全てのサンプルを室温状態で粉碎することは困難です。特に延性・弾性のあるサンプルは凍結することで粉碎が容易になります。-196℃の液体窒素で凍結させることで、サンプルは脆化され容易に粉碎するこ

とが可能になります。加えて、揮発性物質を防ぎ、定量化することが出来ます。サンプルを凍結することで、粉碎過程における熱による劣化を防ぐことも可能です。レッチェのクライオミルは延性・弾性のあるサンプルの

粉碎において、とても効果的なソリューションを提供することが出来ます。

## 自動クーリングシステムで作業者の安全を

クライオミルは使用者が液体窒素に触れることなく操作できるので、とても安全性が高い粉砕機です。温度センサーを有したオートシステムにより液体窒素を制御することで、過剰供給を防ぎ、一定量の液体窒素を自動的にコントロールすることで-196℃を保つことが出来ます。自動的にコントロールされることにより、サンプルが凍結されるまで粉砕が実施されません。これによ

り、液体窒素の消費量を削減し、統一された粉砕プロセスで再現性の高い結果を得ることが出来ます。30Hzの強力な振幅数で粉砕することが出来る為、様々なサンプルに効果的です。予冷、粉砕時間、インターバルは任意にプログラムすることが出来る為、様々なサンプルを効率よく粉砕することが出来ます。予冷もしくはインターバル中は振幅が5Hzで動くことで、液体窒素に

よるサンプルや粉砕ボールの固着を防ぐことが出来ます。

### 凍結粉砕機クライオミルの粉砕例

試料	粉砕ジャー容量	粉砕ボールのサイズ	粉砕ボールの材質	試料量	粉砕時間	粉砕粒度
ゴム	50 mL	1 x 25 mm	ステンレススチール	6 g	2 分	< 400 μm
繊維	50 mL	1 x 25 mm	ステンレススチール	2 g	4 分	< 500 μm
髪	25 mL	6 x 10 mm	ステンレススチール	1 g	4 分	< 200 μm
PET 顆粒	50 mL	1 x 25 mm	ステンレススチール	3 g	4 分	< 300 μm

### 粉砕例：ポリ塩化ビニルの凍結粉砕

フタル酸ジエチル(以下、DEPH)はポリ塩化ビニル (以下、PVC) に幅広く使用されています。ケーブルの被覆材やホース、玩具などに使用されていますが、発がん性を有しています。数多くの製品にDEPHや有害物質が使用されている為、化学的分析が必要になります。

1次粉砕 (カッティングミルSM300)

ロータ：ディスクロータ又はセクションロータ  
スクリーン：6mm

2次粉砕 (クライオミル)

粉砕ジャー：ステンレス製 50ml / サンプル 6g

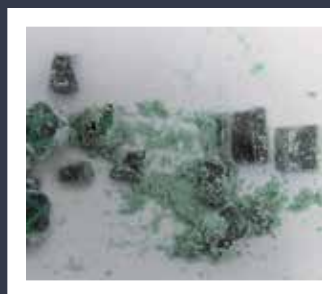
粉砕ボール：ステンレス製 φ25mm x 1

粉砕時間：3分間 x 9回 (プログラム)

粉砕粒度：D90 = 200μm



① PVC 粉砕前



② 1次粉砕後：SM300使用



③ 2次粉砕後：クライオミル使用

# ボールミル粉砕 成功の為の適切な容器と ボールの選択方法

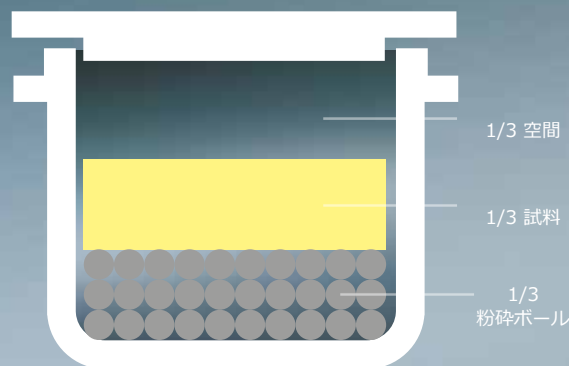
粉砕を成功させるためには、試料を粉砕する前に、いくつかの予備的な考慮が必要です。まず最初に、投入試料サイズ（最大試料サイズ）と最終粒度を決めます。これにより、乾式粉砕や湿式粉砕などの、適切な粉砕手順が決まります。

## 乾式粉砕

この方法は、衝撃・磨砕効果からなり、通常数mmから、数十 $\mu$ mレベルまでの粉砕に使われます。 衝撃効果の為に、粉砕ボールが容器内を動く十分なスペースが必要です。これは、容器の1/3が粉砕ボール、1/3が試料、1/3が空間となります。ボールが動く分と、粉砕によりカサが増える試料分の為に空間が必要になります。

特例：繊維試料の乾式粉砕

特例として、繊維状の試料は、粉砕によりカサが減る為、容器の1/3に粉砕ボールを入れ、残りは容器の縁すれすれまで、試料を充填します。また、粉砕中、1/3が試料になるように、試料を追加する必要がある場合もあります。

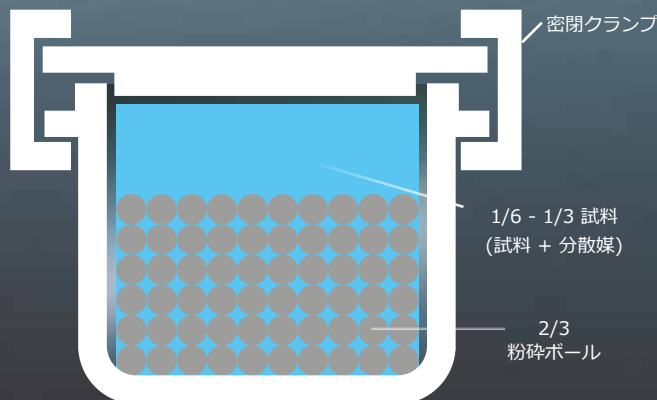
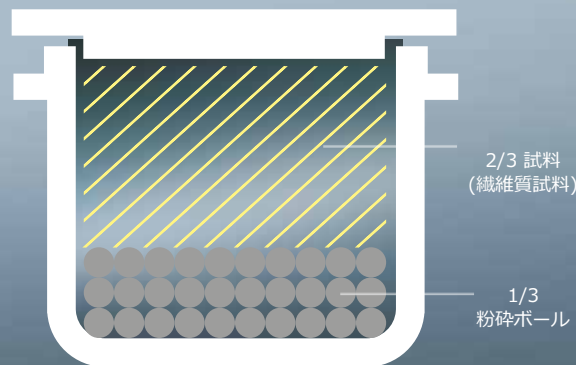


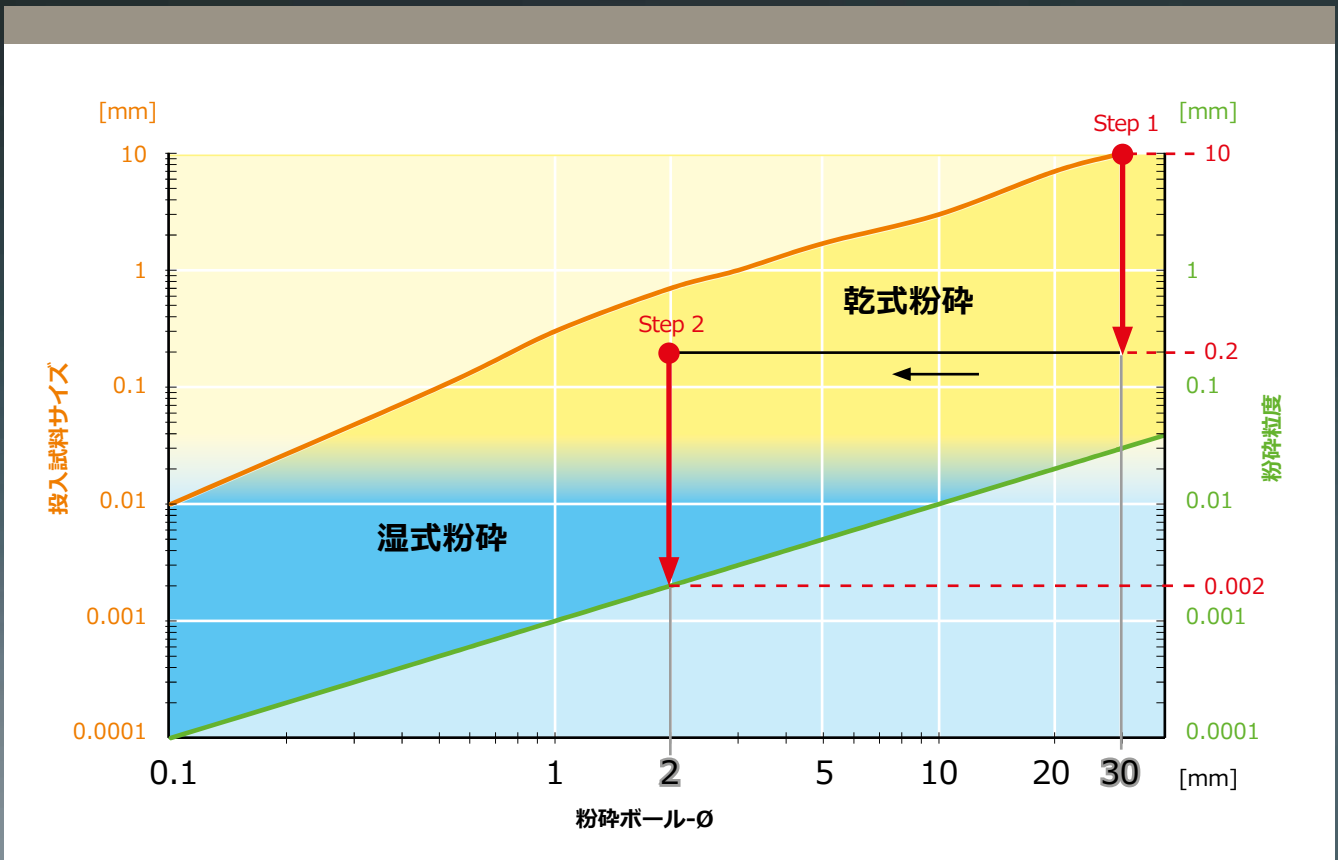
## 湿式粉砕

湿式粉砕は、高エネルギーな磨砕により、非常に小さな粒子を作成するのに、向いています。この方法は、多くの磨砕点により、粉砕サイズが小さくなるように、粉砕容器の60%をボールで満たす必要があります。そのうえ、粉砕ボールが自由に動き回るスペースは必要ありません。このような粉砕には、耐摩耗性にすぐれた、ジルコニアや、窒化ケイ素などの材質が適しており、数時間の粉砕を行います。

試料は、その膨張傾向により、容器に対して、1/6~1/3位充填します。最後に、分散媒を全体がモーターオイルのような濃度になるように加えます。粉砕中に、濃度を維持するために分散媒を追加する必要があります。

試料の特性により分散媒を選択する必要があります。一般的にミネラルのような、極性サンプルは、水、エタノール、イソプロパノールを使用します。一方、有機化合物のような非極性サンプルを粉砕するには、石油エーテルやヘプタンなどの非極性溶媒を使用します。





### 適切なボールサイズ

今回の例では、最初の粒子サイズが、10mmの試料を粉碎します。使用するボールの直径は、投入試料サイズに対し3倍の大きさが必要とされていますので、30mmボールを使います。その結果30μm程度まで粉碎されます。試料特性に応じて、乾式または、湿式粉碎など、より適した方法を使います。例えば、2μmのように30μmより細かい粒子を目的としている場合は、2段階の粉碎を行います。まず、30mmボールにより、乾式粉碎で200μm程度の粉碎を行います。続いて、粉碎ボールを2mmに変更して、湿式粉碎で2μm粒子を目指します。

詳しくは、[www.retsch.com/ball-charge](http://www.retsch.com/ball-charge)にアクセスして、RETSCHボールミルの概要と推奨ボール仕様をご参照ください。

## その他のヒントとコツ

### 投入エネルギー相関と密度

粉碎ボールのエネルギーは、ボールの比重に依存します。タングステンカーバイド (WC) のような非常に高密度の材料は、PTFEのような軽い素材と比べて、より多くのエネルギーを投入します。



### 粉碎容器とボールの選択

摩耗と不要のコンタミネーションを最小限に抑えるため、常に使用する容器と粉碎ボールは、同一材料を使用して、異なるサイズのボールを混ぜない事が肝要です。



微量/少量粉碎のオールラウンダー

# ミキサーミル MM 400

NEW

- ✔ 乾式粉碎
- ✔ 湿式粉碎
- ✔ 凍結粉碎
- ✔ メカノケミストリー
- ✔ ビーズ破碎
- ✔ 混合

鉱石や、骨、組織サンプル、髪、植物、木、土壌、プラスチック、鉱物、医薬品、化学物質まで

–ミキサーミル MM400は2×20mLまでの微量サンプルを粉碎、混合 / 攪拌、ホモジナイズできる万能機種です。

MM400は、石の様に硬くて脆いサンプルも、僅か数分で通常100µm以下に粉碎します。一般的に、大きな粉碎ボールは高速粉碎に

使用されます（高衝撃法 - ハイインパクトモード）。プラスチックの様に堅い材質を粉碎しやすくする為には、液体窒素で脆化しなければなりません。粉碎ジャーを液体窒素に浸す前に、サンプルと粉碎ボールを入れたジャーをしっかりと密閉します。液体窒素の沸騰がおさまるとすぐにジャー内のサンプルは間接的に凍結し、容易にホモジナイズできます。凍結粉碎はステンレス製のジャーやボールのみ使用できます。また、MM400 は植物や髪の毛の様な繊維サン

ブルの粉碎にも適しています。より小さなボールを複数個使用すると粉碎効果が高まります。MM400、MM500 NANOの機能性は同一です。

## ミキサーミルMM400の粉碎例

サンプル	粉碎ジャーサイズ	粉碎ボールサイズ	材質	試料量	粉碎時間	最終粒度
土壌	35 mL	10 x 10 mm	ジルコニア製	10 g	7 分	< 20 µm
木	50 mL	4 x 15 mm	ステンレス製	4 g	4 分	< 200 µm
錠剤、液体フィリング	50 mL	1 x 25 mm	ステンレス製、凍結キット	5 個	1 分	< 300 µm
クロム鋼	25 mL	1 x 15 mm	タングステンカーバイド製	15 g	4 分	< 80 µm
セメント	35 mL	1 x 20 mm	ジルコニア製	15 g	30 s	< 500 µm
ガラス	25 mL	4 x 12 mm	タングステンカーバイド製	10 g	4 分	< 50 µm
エポキシ樹脂	50 mL	1 x 25 mm	ステンレス製、凍結キット	5 g	12 分	< 200 µm
歯	25 mL	1 x 15 mm	ジルコニア製	1 pc.	3 分	< 100 µm
髪	25 mL	6 x 10 mm	ステンレス製	1 g	3 分	< 100 µm



液体カプセル (凍結粉砕)



最終粒度 < 300  $\mu\text{m}$



髪



最終粒度 < 100  $\mu\text{m}$

## 豊富なアクセサリによる優れた汎用性

様々なサイズや材質の粉碎ジャーにより、ミキサーミルは大変多様性のある機種と言えます。

ステンレス製の粉碎ジャーは、1.5~50mLのサイズがあり、サンプル量に適した容量のジャーで効率的な粉碎が行えます (P12~P13参照)。

コンタミネーション防止が重要な場合、タングステンカーバイド製やジルコニア製、メノウ製の様な材質が使われます。

効果的な粉碎プロセスを実行するには、容器やボールはサンプルより硬くなければなりません (下表参照)。

1.5~50mLのチューブやボトル用のアダプタ、ホルダーは、生体試料等の混合 / 攪拌に使われます (右表参照)。凍結粉碎キットを使用すれば、MM400は凍結粉碎ができます。



### 新製品 PMMA 製粉碎ジャー

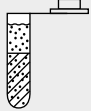
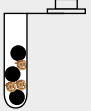
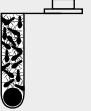
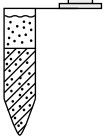
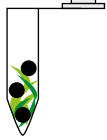

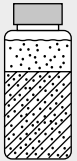
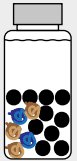





10mlのPMMA製粉碎ジャーに2x10mmのジルコニア製粉碎ボールを入れ、30Hzのメカノケミカル条件でバニリンとバルビツール酸のクネーフェナーゲル反応の時間経過を示しています。反応は30分かけて進行し、色の変化で進行が確認できます。



### MM400 粉碎ジャー・粉碎ボール材質

材質	比重	硬度	耐摩耗性	アプリケーション
硬化鋼 / ステンレススチール	7.6-7.7 g/cm <sup>3</sup>	≤ 245-250 HB	良い	中硬質~硬質および脆質のサンプルの粉碎
タングステンカーバイド	14.8 g/cm <sup>3</sup>	93.6 HRA	非常に良い	非常に硬質および脆質のサンプルの粉碎
メノウ	2.65 g/cm <sup>3</sup>	6.5-7 Mohs	良い (限定的)	軟質~中硬質のサンプルおよび繊維質の粉碎。メノウは高純度の天然素材で、低密度な為、非常に低エネルギー入力での緩やかな粉碎に適しています。
ジルコニア	6.05 g/cm <sup>3</sup>	1250 HV	非常に良い	中硬質~硬質のサンプルおよび繊維質の粉碎。重金属フリー、超微粉碎およびサンプルの変色防止に使われます。

## バイオテクノロジー向けソリューション

	DNA / RNA / たんぱく質 / 代謝物質の細胞破碎	軟らかいサンプル (組織、植物、細胞ペレット、昆虫) の凍結粉碎	軟らかいサンプル (組織、昆虫) の乾式・湿式粉碎	硬いサンプル (珪砂) の乾式粉碎	食品 / 植物から残留農薬の抽出 (QuEChERS法)	RFA用プレスレットのパウダーとワックスの混合 / 攪拌
1.5または2.0mL ディスポチューブ 最大2 × 10本						
5.0mL ディスポチューブ 最大2 × 5本						
30mL 広口ボトル 最大2 × 4本						
50mL コニカル遠心チューブ 最大2 × 4本						

### → 酵母、微細藻類、バクテリアのビーズ破碎

小さなガラスやセラミックビーズにより得られるせん断効果を利用した、DNAや、RNA、たんぱく質、代謝物質の細胞破碎は、生物学的研究における標準的手法です。ビーズと細胞懸濁液は、ミキサーミル MM400の振とうにより完全に混合 / 攪拌されます。DNAやRNAの分離には1.0mL未満の細胞物質が必要な為、1.5mLまたは2.0mLのディスポチューブが適しています。たんぱく質や代謝物質の抽出には大量の細胞懸濁液が必要な為、50mLのコニカルチューブが良いでしょう。細胞の種類により、ビーズ (50~80%) と細胞懸濁液の充填比と共に粉碎時間も異なります (30秒~数分)。

### → 組織、細胞ペレット、植物材料、昆虫の凍結粉碎

繊維状の植物、頑丈な爪、組織は液体窒素を用いた凍結により最も効果的に粉碎されます。上記の細胞破碎とは異なり、粉碎する前にサンプルを凍結する方法は、例えば酵母等、細胞間の細胞小器官 (ミトコンドリア) を分解するのもにも適しています。凍結粉碎のもうひとつの利点は、非常に低い温度により例えばたんぱく質等の劣化を防ぐことです。細胞は液体窒素に浸すとすぐに細胞活動を停止し、粉碎工程で発生する副反応、例えばRNAレベルの変化を減少させます。

### → 軟らかいサンプル (組織、昆虫) や硬いサンプル (珪砂)

新鮮な組織や昆虫のサンプルのホモジナイズは、例えば緩衝剤の中で効果が生まれます。最適な混合成果を得るためには、サンプルを粉碎するのに十分な大きさの粉碎ボール (5~20mm) と、チューブを液体 (緩衝剤) で満たすことが重要です。違うサイズや量の粉碎ボールを使用するとチューブが破損する恐れがある為、50mLのコニカル遠心チューブには、4 × 20mmの粉碎ボールを使用する必要があります。サンプルが乾燥している場合、液体は追加せず (50mLチューブは除く)、5~10mmの粉碎ボールを使用すると、最も粉碎効果が得られます。乾燥した昆虫の様な物質は、粉碎中にその体積が大幅に減る為、チューブの上までサンプルで満たした方が良いでしょう。30mLの広口ボトルには、10mmの粉碎ボールが最も適しています。珪砂の様に硬いサンプルでもおおよそ2分で100µmの粒度に粉碎されます。

### → サンプルの混合攪拌や食品 / 飼料の残留農薬抽出

50mLチューブは、粉末や懸濁液の混合攪拌に大変適しています。RFA分析のペレットプレスにおいて、安定したサンプルペレット作製には、粉碎したサンプルをワックスと混ぜ (例: サンプル8g、ワックス2g)、チューブに入れ30Hzで1分間振とうさせます。他にも、ホモジナイズされた食品や飼料サンプルから残留農薬を抽出するQuEChERS法があります。まずチューブで抽出塩を生成し、続いて農薬の抽出です。- アセトニトリン・抽出塩10mLとサンプル10gを30Hzで1~3分振とうします。

# 信頼と安定のスタンダードタイプ 遊星ボールミル

遊星ボールミルは高い再現性をもって、素早く分析に必要な粒度に粉砕できます。様々な用途に対応しており、試料調整のための混合・粉砕はもちろん、コロイド粉砕、高度な材料開発まで幅広く使われています。軟質、中硬質から硬質、脆い、繊維質な試料を低ミクロン領域まで粉砕することができます。また、数時間湿式粉砕を行うことで、ナノメートル領域までの粉砕も可能です。レッチェの遊星ボールミルは従来の粉砕機では難しかった、メカニカルアロイングに必要な高いエネルギー入力を試料に与えることができます。オプションで最

大4×220mLの試料を1度に処理可能です。レッチェの遊星ボールミルは、温度に敏感な試料への穏やかな粉砕から、非常に高いエネルギー入力が必要とするメカノケミカル用途まで幅広くカバーすることができます。

- ✓ 乾式粉砕
- ✓ 湿式粉砕
- ✓ ナノ粉砕
- ✓ メカノケミストリー
- ✓ 混合



図1:  
卓上タイプ : PM100、PM200、PM300  
▶粉砕ジャー装填台数 最大2個

床置きタイプ : PM400  
▶粉砕ジャー装填台数 2個又は4個  
アダプタ (別売り) 使用で最大8個装填可能

## 遊星ボールミルの粉碎原理

遊星ボールミルでは、粉碎ジャーが惑星を表し、サンホイールと呼ばれる円形のプラットホーム上にあります。サンホイールが回転すると、設置したすべての粉碎ジャーはサンホイールの回転とは逆方向に自転します。このため粉碎ジャーの中のボールは、絶えず遠心力が重なり合う合力効果（コリオリ運動）を受け、ボールと粉碎ジャーの回転の差が摩擦力和衝撃力を相互に発生させ、大きな粉碎エネルギーを生み出し、非常に効率的に粉碎を行うことができます。

## 粉碎例：チタン酸バリウムのナノ粉碎

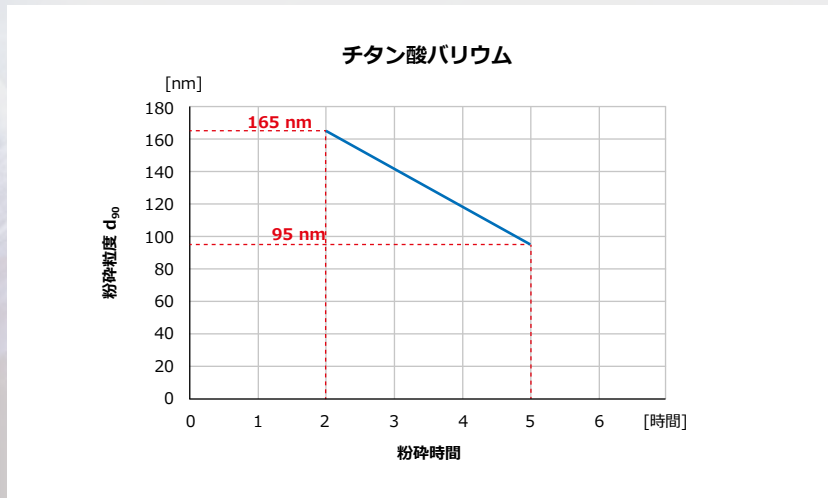


図2：チタン酸バリウムの粉碎  
 使用機器：PM100 試料110g 回転数500rpm  
 粉碎時間：2時間（ヘブタン260mL, 粉碎ボール0.5mm） d<sub>90</sub> 165nm  
 5時間（ヘブタン260mL, 粉碎ボール0.5mm） d<sub>90</sub> 95nm

## メカニカルアロイング

メカニカルアロイングには、大きな粉碎ボールを使用した高いエネルギー入力と長時間の粉碎を必要とします。PM400MAは大量の試料を使用してメカニカルアロイングを行うために特別にデザインされました。

例：粉碎ジャー500mL×4個  
 試料：270 g ニッケル粉+30 gセラミック粉×4セット  
 粉碎ボール：ステンレススチール φ10mm 400個×4（サンプル対ボール比1：5）  
 粉碎時間：90分  
 回転数：400rpm



## 豊富なアクセサリ

試料調製の性能と結果は、粉碎ジャーと粉碎ボールサイズの選択によっても決まります。新しい粉碎ジャーは、最高回転数 800rpm での長時間粉碎、湿式粉碎、高負荷、最高回転数、メカニカルアロイングなど、過酷な使用条件に対応するよう特別に設計されています。新設計の粉碎ジャーは既存のレッチェ全ての遊星ボールミルでも利用可能です。

50～500mlの粉碎ジャーの底にアドバンスド・アンチ・ツイスト（AAT）と呼ばれる構造を採用しています。これにより、高速回転でもジャーがねじれることなくしっかりと固定され、磨耗や破損が激減します。

50mlと250mlサイズの粉碎ジャーは、従来の"コンフォート"モデルに比べ、直径が大きく、高さが低くなっています。これにより、粉碎結果の向上と、粉碎ジャー製品の直径寸法が3種類のみで全製品をカバーでき、蓋の共通化が可能となりました。

3種類の直径の蓋で対応する粉碎ジャーの容量

直径1：12mlと25mlの粉碎ジャー  
 直径2：50ml, 80ml, 125ml 粉碎ジャー  
 直径3：250mlと500mlの粉碎ジャー

## 遊星ボールミルの粉碎例

試料	機種	粉碎ジャーサイズ	粉碎ボールサイズ	材質	試料投入量	粉碎時間	粉碎粒度
下水汚泥	PM 100	125 mL	7 x 20 mm	ステンレススチール	25 g	10 分	< 400 μm
植物（乾燥）	PM 100	500 mL	25 x 20 mm	メノウ	50 g	60 分	< 100 μm
鉱物（ラピスラズリ）	PM 200	50 mL	20 x 10 mm	ジルコニア	20 g	2 分	< 90 μm
シリコンカーバイド	PM 400	500 mL	60 x 15 mm	ジルコニア	400 g	20 分	< 70 μm
活性炭	PM 100 CM	250 mL	15 x 20 mm	ステンレススチール	40 g	15 分	< 45 μm



ボールミル最強の粉砕力  
×  
冷却機能

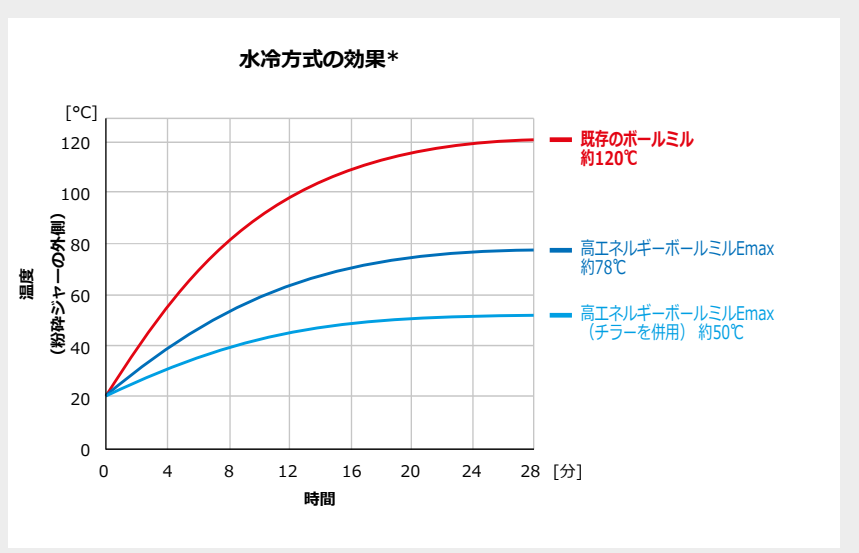
# 高エネルギーボールミルEmax

- ✔ 乾式粉砕
- ✔ 湿式粉砕
- ✔ ナノ粉砕
- ✔ メカノケミストリー
- ✔ 混合

ナノ領域までの粉砕を高エネルギーボールミルEmaxは、既存のボールミルと比較して短時間で行うことができます。Emaxのもつ様々な特長がそれを可能にします。最大2000rpmの高速運動による試料への高いエネルギー入力、ユニークな粉砕ジャー構造による粉砕の効率化、水冷循環式の冷却システムにより、試料のサイズダウンを効率的に行うことができます。

## 効率的な水冷式冷却システムにより、徐冷のための休止が不要

強力な粉砕力と温度制御の両立。それは高エネルギーボールミル Emax の開発の際の大きな課題でした。レッチェは従来のボールミルでの問題点である連続運転によって生じる発熱の問題を革新的な水冷システムにより解決しました。これによりEmaxは、空冷の為の中断を伴わない連続運転が可能になり、粉砕にかかる時間を大幅に削減することに成功しました。Emax の冷却システムは理にかなっています。タンクから循環する水は粉砕ジャーブラケットを介し、間接的に粉砕ジャーを水冷します。水冷は空冷に比べると冷却効果が高いので、より効果的に熱を放出します。使用条件に応じて、内蔵式的水冷システム単体での使用の他に、回転数を高めに設定されたい場合や、温度コントロールをより効果的に行いたい場合は、チラーを併用し冷却効果を更に高めることが可能です。

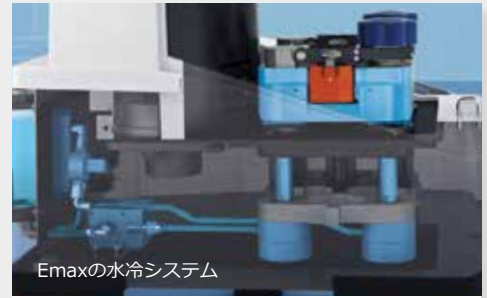


\* 温度は試料の性質、機器の設定値、温度などにより異なります。

図 1: チラーを併用すると冷却効果を高めることが可能です。

## 粉碎に要する時間を大幅に削減 — 医薬品研究

経口投与によるバイオアベイラビリティ（投与された薬物がどれだけ全身循環血中に到達し、作用するかの指標）は、溶解度に依存する為、薬剤の微粉化が非常に大切になります。Emax は医薬品や医薬品原料も、非常に短い時間でサブミクロンからナノメートル領域まで短時間の内に粉碎します。Emax の優性は時間短縮だけではなく、熱に敏感な試料に対しては水冷システムにより上限温度を設けることができるので、温度を気にせずこれまでのボールミルでは出来なかった新たな実験を行うことも可能です。



## 温度コントロールモード

最新のソフトウェアにより粉碎中の温度の上限と下限を設定できます。設定した上限温度に達すると自動的に休止（0rpm）、又は300rpmの低速運転（試料の沈殿防止）に切り替わり、温度が設定の下限温度にまで下がると同時に再び始動します。

Emax は定められた温度範囲内での粉碎を行うことができます。多糖類の様に熱に敏感な試料の粉碎には最適です。下記はその一例です（図4）。

試料：ポリサッカロイド

粉碎粒度：10 μm 以下

試料に影響を与える温度の上限：80℃

- 温度範囲を 60℃から 80℃に設定
- ブレイクタイムは自動的に調整、80℃を超えない様に調整
- 3 時間の粉碎で目的とされる<10 μm の粉末を作製。不要なブレイクタイムを避けることができる

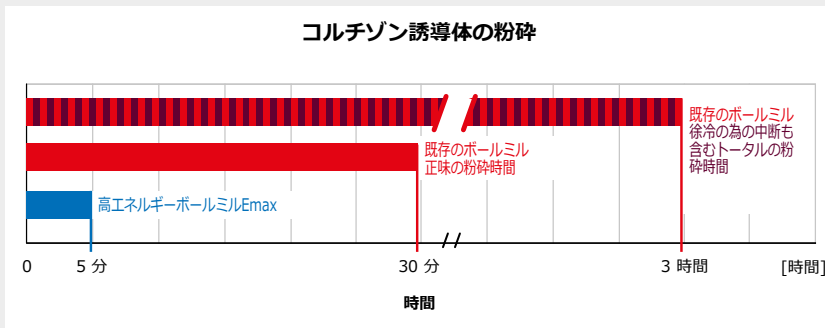


図2：コルチゾン誘導体の粉碎  
 ・コルチゾン誘導体を 45℃以下で粉碎し、5分で 300nm 以下の試料を作製。  
 ・既存の遊星ボールミルの場合。正味 30 分の粉碎時間にプラスして 45℃以下に保つため、150 分の空冷時間が必要  
 ・より効果的な摩擦力が試料に作用する Emax は、ほぼ 3 時間の時間短縮が可能

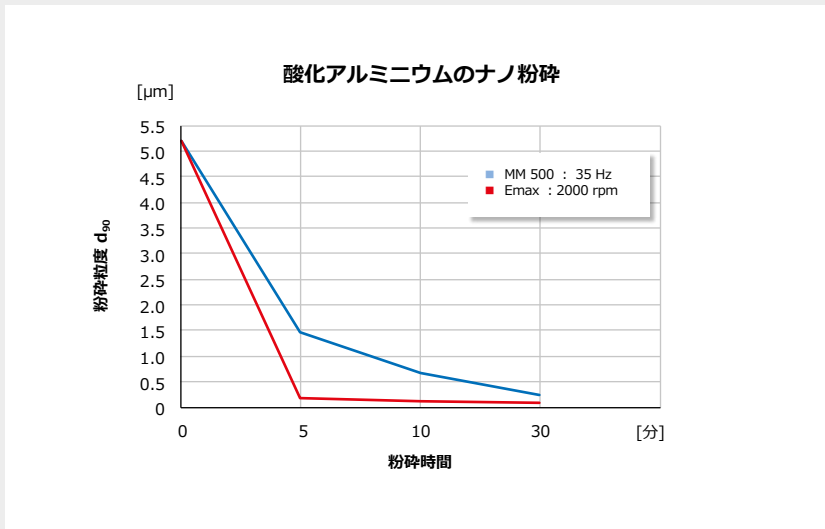


図3：MM500 NANOとEmaxでの酸化アルミニウムのナノ粉碎

さらにEmaxは酸化アルミニウムの粉碎も効率的に行うことができます。EmaxとMM500 NANOで酸化アルミニウムの粉碎を行い比較しました（図3）。MM500 NANOも徐冷のための休止を伴わず粉碎を行えますが、水冷式であることによって可能な、2000rpmの超高速運動による高いエネルギー入力で、Emaxはわずか5分という短い粉碎時間で0.18μmの粒子を作り出すことに成功しました。

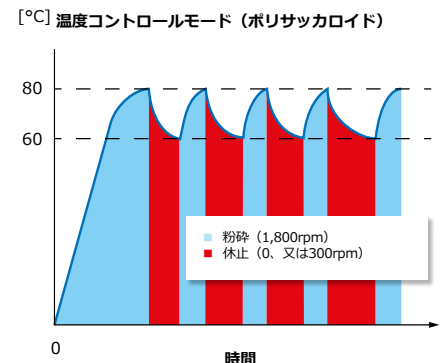


図4：ポリサッカロイドの粉碎

結晶格子構造を壊さずに粉碎

# XRDミル McCrone (マックローン)

XRD分析の為の前処理粉碎にXRDミルMcCroneが最適であることを英国リバプール大学の地球科学学部のリサーチアシスタントのJames Utley氏が説明してくれます。

XRDの分析手法は100年以上も前に発見されています。この確立された手法を用いて、粘土鉱物の結晶構造などを調べることで、地球の過去の気候変動、地震などの地質現象を解明することができます。

X線回折は、結晶材料の構造を測定します。一部の鉱物は他の鉱物よりも温度変化に対してより耐性があります。結晶構造を表す例として、子供のジャングルジムを思い浮かべてください。バー間の規則的な距離が特徴です。ブルドーザーでジャングルジムに突っ込むと、バーが曲がり、その構造が変わり、その原型の確認がかなり難しくなります。したがって、次のことが必要です。

- **狭範囲の粒度分布を持った均質な微粉末を作製すること。**
- **過剰な衝撃力と発熱を抑制し、マイルドに粉碎すること。**

XRD分析に求められる要件をすべて満たすXRDミルMcCroneが選ばれる理由はここにあります。



粉碎は、専用治具によりプラスチック製の円筒状の粉碎容器に並列に配された48個の円柱状の粉碎ディスク（12mmx12mm）により行われます。これらのディスクはボールミル粉碎で用いる同等サイズのボールに比べると、試料との接触点がより多くなります。ディスクが装置の遠心振動により容器内で小刻みのスライド運動を繰り返すことで粉碎が進行します。粉碎ディスクの材質は、シリコンア、コランダム、メノウの3種類から選択できます。

粉碎は、蒸留水などの液体を添加し、湿式で行います。水溶性の試料を粉碎する場合は、代わりにアルコールを用いることも可能です。液体助剤を用いることで試料は容器内に限らず分散されるので、均質なスラリー(粉碎物)を得ることができます。また、負荷も軽減されるので、熱影響も抑制されます。

XRDミルMcCroneは、ミネラルのXRD分析の試料作製に求められる要素をすべて満たします。過度に強い衝撃力、および発熱を抑えることで試料の結晶構造を損なわず、しかも狭範囲の粒度分布をもつ微粉末試料を簡単に作るすることができます。

## 大スケールの粉砕

## ドラムミル TM300

レッチェは、分析試料に必要とされる数グラム～数100グラムの粉砕や、コロイド粉砕や材料開発の粉砕に使用される少スケールのボールミルに特化しています。最大処理量は4個架の遊星ボールミルPM400で880mLです。（500ccの粉砕ジャーを4個使用した場合。）一回でまとまった量の試料を粉砕したいとの声にお応えして誕生したのが、ドラムミルTM300です。最大20L（ロッドミルの場合ドラム容量：43.4L）の試料を粉砕できます。

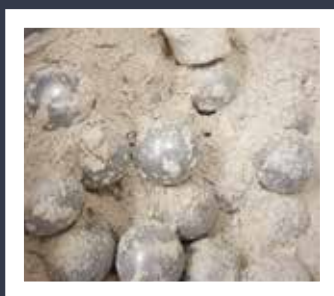
ドラムミルは転動型のボールミルですが、モジュールの交換によりボールミルとしても、ロッドミルとしても使用できるのが特長です。乾式、湿式の両粉砕に対応します。試料の性質にもよりますが、到達最小粉砕粒度は20 $\mu$ mです。ボールミル粉砕ドラムの容量は5L、10L、21.7Lまで用意しています。

他のボールミルと同様に予備粉砕した試料と粉砕ボール、又は粉砕ロッドをドラムに装填します。ドラムミルの回転数は15-80rpm（可変式）で、他のボールミルと比べると低速です。重力によりボールがタンブリングする転動式なので、このドラムミルに限っては、異なる径のボールを混合しての粉砕が可能です。これは粉砕時間を短縮させる効果があります。

ドラムミルは使いやすさと安全性も重視しています。ドラムのポジションは変更できるので、粉砕後の試料の排出も簡単です。また、回転部は安全カバーで完全に覆われています。標準的な組み合わせとしては、21.5Lのドラムに $\phi$ 20mmの粉砕ボールを20kg装填します。その他、微粉砕には $\phi$ 5mmや $\phi$ 10mmなどの小径ボール、粗粉砕には $\phi$ 30mmの大径ボールも使用できます。適切な粉砕は、適切なボール、又はロッドの量が鍵になります。



## 粉砕例：マッシュルーム



試料 = マッシュルーム  
 粉砕ドラム = 10L  
 粉砕ボール =  $\phi$ 20mm (10kg)  
 回転数 = 60 rpm  
 粉砕時間 = 90分  
 粉砕粒度 = 100 $\mu$ m

## ドラムミルTM300の粉砕例

試料	ドラム容量	粉砕ボールのサイズ	粉砕ボール材質	試料量	粉砕時間	粉砕粒度
チタニウムスラグ	21.5 L	$\phi$ 20 mm (20 kg) + $\phi$ 10 mm (13 kg)	ステンレススチール	4.4 L	12 時間	< 30 $\mu$ m
セルロースファイバー	21.5 L	$\phi$ 30 mm (20 kg) + $\phi$ 40 mm (11 kg)	ステンレススチール	12 L	15 時間	< 50 $\mu$ m

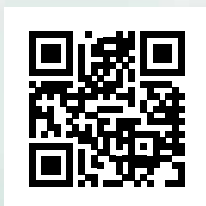
# RETSCH – More than 100 Years of Innovation

レッチェは100年の歴史と経験を持つ、実験用粉砕機・ふるい振とう機のトップ企業です。 – 最高水準の技術「made in Germany」を実感してください。レッチェの製品は再現性の高い粉砕結果だけでなく、扱い易さも兼ね備えています。

## ニュースレターに サインアップ!

セミナー/オンラインセミナー、アプリケーションおよび製品のニュース等の独占情報を随時受け取ることができます。

今すぐ応募:



[www.retsch.jp/jp/news/newsletter/subscribe/](http://www.retsch.jp/jp/news/newsletter/subscribe/)  
(いつでも登録の取り消しが可能です。)



**VERDER**  
scientific



粉砕機・ふるい振とう機・  
周辺機器

info@verder-scientific.co.jp  
www.retsch.jp



電気炉・オープン

carbolite@verder-scientific.co.jp  
www.carbolite-gero.jp



切断・埋込・研磨  
硬さ試験機

info@verder-scientific.co.jp  
www.qatm.jp

ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社

本社

〒151-0061 東京都渋谷区初台1丁目46番3号 シモトビル  
1階 (アプリケーションラボ、サービス) 10階 (オフィス)  
TEL: 03-6276-0073  
FAX: 03-6276-0076

大阪営業所

〒559-0031 大阪市住之江区南港東8丁目2番52号  
TEL: 06-6655-0003

メール問い合わせ: info@verder-scientific.co.jp