

part of **VERDER**
scientific

ШАРОВЫЕ МЕЛЬНИЦЫ ОТ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ НА НАНОУРОВНЕ ДО МЕХАНИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА



Компания RETSCH представляет первую в мире вибрационную мельницу, способную достигать конечной тонкости на наноуровне.

Вибрационная мельница MM 500

www.retsch.ru/mm500



**Уважаемые читатели,
заказчики и партнеры!**

Шаровая мельница — это самый универсальный и эффективный прибор для измельчения твердых, хрупких или волокнистых материалов. Благодаря множеству режимов работы, вариантов полезного объема и материалов размольной гарнитуры эти мельницы идеальны в самых разных областях применения — от производства наночастиц до высокоэффективного механохимического синтеза двух и более материалов.

Именно поэтому компания RETSCH предлагает самый широкий диапазон шаровых мельниц на мировом рынке. В этом выпуске вы найдете не только описание разнообразных типов и моделей мельниц, но и, в частности, советы по заполнению мельницы размольными шарами или по достижению определенной конечной тонкости.

Новинка в линейке шаровых мельниц — вибрационная мельница MM 500. Эта уникальная мельница объединяет в себе удобство классических вибрационных мельниц с мощностью и эффективностью планетарных шаровых мельниц. Мельница MM 500 с частотой вибраций 35 Гц обладает мощностью, достаточной для измельчения на нанометровом уровне, недостижимом для других вибрационных мельниц, предлагаемых на рынке.

Надеемся, что выпуск будет вам полезен!

С уважением,

Д-Р ЮРГЕН ПАНКРАТЦ,
ГЕНЕРАЛЬНЫЙ ДИРЕКТОР
VERDER SCIENTIFIC

PREMIUM QUALITY



MADE IN GERMANY



**ИДЕАЛЬНАЯ ШАРОВАЯ МЕЛЬНИЦА
ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЛЮБЫХ ЗАДАЧ
04 – 05**



**ПЕРЕОСМЫСЛЕНИЕ КОНСТРУКЦИИ
ШАРОВЫХ МЕЛЬНИЦ
ВИБРАЦИОННАЯ МЕЛЬНИЦА MM 500
06 – 09**



**ХОЛОДНЕЕ ЛЬДА
КРИОГЕННАЯ МЕЛЬНИЦА CRYOMILL
10 – 11**



**СОВЕТЫ ПО ЗАПОЛНЕНИЮ РАЗМОЛЬНОГО
СТАКАНА И ПОДБОРУ РАЗМОЛЬНЫХ ШАРОВ
ДЛЯ ЭФФЕКТИВНОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ
12 – 13**



**ДЕЙСТВИТЕЛЬНО УНИВЕРСАЛЬНАЯ
МЕЛЬНИЦА ДЛЯ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ
НЕБОЛЬШИХ ОБЪЕМОВ ОБРАЗЦОВ
ВИБРАЦИОННАЯ МЕЛЬНИЦА MM 400
14 – 17**



**КЛАССИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ
ДЛЯ ТОНКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ
ПЛАНЕТАРНЫЕ ШАРОВЫЕ МЕЛЬНИЦЫ
18 – 19**



**ВЫСОКАЯ СКОРОСТЬ — ПРЕВОСХОДНАЯ
КОНЕЧНАЯ ТОНКОСТЬ — ЭФФЕКТИВНАЯ
СИСТЕМА ОХЛАЖДЕНИЯ
ВЫСОКОСКОРОСТНАЯ ШАРОВАЯ МЕЛЬНИЦА Emax
20 – 21**



**СОХРАНЕНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ
СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛА
МЕЛЬНИЦА XRD-MILL MSCRONE
22**



**ДЛЯ БОЛЬШИХ ОБЪЕМОВ ОБРАЗЦОВ
БАРАБАННАЯ МЕЛЬНИЦА TM 300
23**

На сайте www.retsch.ru/downloads можно посмотреть видеозапись ВЕБИНАРА «ПОЛЕЗНЫЕ СОВЕТЫ ПО ЭФФЕКТИВНОМУ ИЗМЕЛЬЧЕНИЮ ОБРАЗЦОВ С ПОМОЩЬЮ ЛАБОРАТОРНЫХ ШАРОВЫХ МЕЛЬНИЦ» или скачать соответствующий информационный буклет.

ПРИМЕНЕНИЕ ШАРОВЫХ МЕЛЬНИЦ В МЕХАНОХИМИЧЕСКОМ СИНТЕЗЕ

Сегодня, когда к химической промышленности применяются строгие требования по защите окружающей среды, механохимический синтез позволяет быстро проводить химические реакции без использования растворителей. В серийном производстве сегодня также нередко отказываются от использования растворителей, и многие процессы стали значительно проще. В этом свете механохимический синтез может играть важную роль в экологичной энергетике будущего.

Химические реакции часто классифицируют по количеству энергии, необходимой на их протекание. В этой классификации самыми известными являются термические (энергия в форме нагрева), электрохимические (энергия в форме электрического тока) и фотохимические (энергия в форме электромагнитных волн в оптическом диапазоне). Менее известны реакции и процессы, протекающие при механохимическом синтезе, где энергия принимает форму ударных сил и сил сдвига.

В XXI веке на первое место встали вопросы влияния химических реакций на экологию, и потребовалось найти альтернативу растворителям, а иногда полностью отказаться от их использования. На этом фоне механохимический синтез постепенно приобрел популярность в таких областях, как органическая химия, быстро продемонстрировав, что реакции с углерод-углеродной связью, окислительно-восстановительные и перциклические реакции могут протекать в шаровых мельницах. В отличие от ручных ступок, которые использовались в прошлом, шаровые мельницы позволяют точно управлять условиями протекания реакции, регулировать потребляемую энергию в широком диапазоне, а также проводить реакции в герметичных сосудах. **Для проведения таких реакции, как правило, используются планетарные шаровые и вибрационные мельницы с размольными стаканами объемом от 2 до 500 мл.** Диаметр размольных шаров особенно важен, поскольку именно они запускают реакцию, создавая новые поверхности, на которых она протекает, за счет снятия слоев, где материал уже прореагировал. Если диаметр размольных шаров очень мал, энергии, необходимой для

протекания реакции, будет недостаточно, а сами шары будут тяготеть друг к другу. Если, напротив, диаметр размольных шаров слишком большой, реакция будет запущена, но количество столкновений, необходимых для ее эффективного протекания, будет недостаточным, продукты реакции не будут удаляться с поверхностей и, соответственно, скорость реакции будет низкой. Рекомендуемый диаметр размольных шаров составляет от 5 до 15 мм, позволяя всегда найти оптимальное решение. Материалы размольного стакана и шаров также очень важны для механохимического синтеза. Такие материалы, как оксид циркония или нержавеющая сталь, должны обладать достаточной химической стойкостью, а также механической стабильностью для предотвращения абразивного износа.

ОСНОВЫ МЕХАНОХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

В основе механохимического синтеза лежит энергия сил удара. Планетарные шаровые мельницы используют для измельчения энергию сил сдвига, а вибрационные мельницы — ударное воздействие. Приступая к проведению химической реакции в шаровой мельнице, необходимо, помимо типа самой мельницы, учитывать такие параметры “обычных” реакций, как концентрация и температура, так как при отсутствии растворителей эти параметры могут отличаться. Интересные результаты были получены группой ученых под руководством Стюарта Джеймса (Stuart James) [1]. Химические реакции, проведенные при разной температуре и частоте вибрации, позволяли сделать вывод, что на кинетические характеристики реакции влияет только частота вибрации (рис. 1), а увеличение температуры не оказывает такого влияния.

[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.

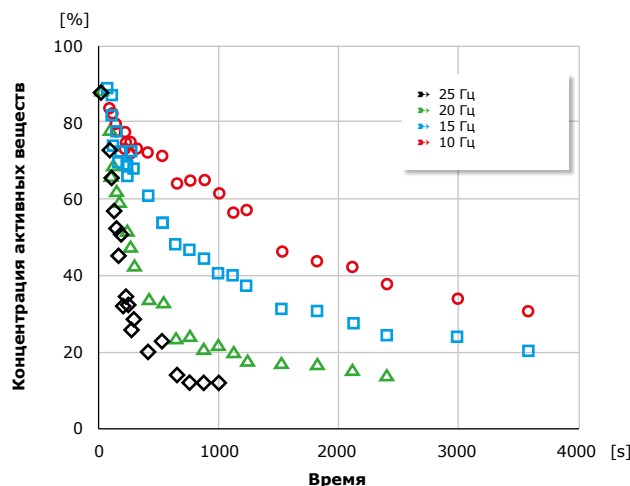


Рис. 1: Скорость реакции показана для не прореагировавших веществ в зависимости от времени при потребляемой энергии в форме частоты вибрации 10-25 Гц мельницы MM 400. Скорость реакции возрастает в зависимости от частоты измельчения.

Автор: д-р Свен Грэтц, постдокторант Рурского университета (Бохум, Германия), факультет химии и биохимии, кафедра неорганической химии I, проф. Борхардт

ИДЕАЛЬНАЯ ШАРОВАЯ МЕЛЬНИЦА ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЛЮБЫХ ЗАДАЧ

Линейка шаровых мельниц RETSCH по праву известна как самая богатая на мировом рынке, предлагая решения для любой сферы применения: вибрационные мельницы, планетарные шаровые мельницы, высокоскоростные шаровые мельницы, мельницы XRD-Mill и барабанные мельницы. Вибрационные мельницы предназначены для сухого/мокрого/криогенного размола и гомогенизации небольших объемов образцов, а планетарные шаровые мельницы идеальны для быстрого и воспроизводимого измельчения больших объемов образцов до субмикронного диапазона, а также для механического легирования. Высокоскоростная шаровая мельница Emax и вибрационная мельница MM 500 способны

измельчать образцы до нанометрового диапазона за самое короткое время и прекрасно подходят для механического легирования и механохимического синтеза. Мельницы XRD-Mill позволяют сохранять кристаллическую структуру образцов для последующего рентгенографического анализа. Барабанная мельница TM 300, которая может использоваться в качестве шаровой или стержневой, предназначена для тонкого измельчения образцов под действием сил удара и трения в сухих и влажных условиях. Какими бы не были ваши задачи, **компания RETSCH всегда найдет подходящую шаровую мельницу!**

САМАЯ БОГАТАЯ ЛИНЕЙКА ШАРОВЫХ МЕЛЬНИЦ НА МИРОВОМ РЫНКЕ

Вибрационная мельница
MM 200

Вибрационная мельница
MM 400

Вибрационная мельница
MM 500






			
Макс. объем образца	2 x 10 мл	2 x 20 мл	2 x 45 мл
Материалы размольной гарнитуры	6	6	4
Сухой размол	✓	✓	✓
Мокрый размол	-	●	✓
Криогенный размол	-	✓	✓
Измельчение до нанодиапазона	-	-	✓
Измельчение с помощью стеклянных гранул	✓	✓	-
Механохимический синтез	-	✓	✓
Непрерывное охлаждение (водой при температуре 5 °C)	-	-	-
Непрерывное охлаждение (жидким азотом при температуре -196 °C)	-	-	-
Тонкое измельчение ударным воздействием (один большой размольный шар)	✓	✓	✓
Время, необходимое для достижения конечной тонкости на наноуровне	-	-	Высокая скорость
Непрерывное длительное измельчение	-	-	✓ ✓
Бережное измельчение с использованием низких энергий	-	-	-
Сохранение кристаллической структуры образца	●	●	●
Размольные стаканы рассчитаны на давление < 5 бар	-	●	✓
Размольные стаканы со встроенными предохранительными замками	-	-	✓
При извлечении образцов размольные стаканы остаются в креплениях	-	-	✓

Обозначения: ✓ Подходит | - Не подходит | ● Подходит с ограничениями

см. стр. 14

см. стр. 6

- ✓ СУХОЙ РАЗМОЛ
- ✓ МОКРЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ДО НАНОДИАПАЗОНА
- ✓ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ С ПОМОЩЬЮ СТЕКЛЯННЫХ ГРАНУЛ
- ✓ МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ
- ✓ ПЕРЕМЕШИВАНИЕ

CryoMill	Планетарные шаровые мельницы PM 100/200/400	Высокоскоростная шаровая мельница Emax	Мельница XRD-Mill McCrone	Барабанная мельница TM 300
				
1x20 мл	1 x 220 мл / 2 x 50 мл / 4 x 220 мл	2x45 мл	1 x 4 мл	1 x 20 л
4	7	3	3	2
✓	✓	✓	✓	✓
✓	✓	✓	✓	✓
✓	●	-	-	-
-	✓	✓	-	-
-	-	-	-	-
-	✓	✓	-	-
-	-	✓	-	-
✓	-	-	-	-
✓	-	-	-	-
-	Средняя	Очень быстрая	-	-
-	✓	✓	✓	✓
-	-	✓	✓	✓
-	✓	-	✓	✓
●	-	-	✓	-
●	●	✓	-	-
-	-	✓	-	-
-	-	-	-	-
см. стр. 10	см. стр. 18	см. стр. 20	см. стр. 22	см. стр.е 23

ПЕРЕСМЫСЛЕНИЕ КОНСТРУКЦИИ ШАРОВЫХ МЕЛЬНИЦ ВИБРАЦИОННАЯ МЕЛЬНИЦА ММ 500

НОВИНКА

- ✓ СУХОЙ РАЗМОЛ
- ✓ МОКРЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ДО НАНОДИАПАЗОНА
- ✓ МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ
- ✓ ПЕРЕМЕШИВАНИЕ

МОЩНОСТЬ ПЛАНЕТАРНОЙ ШАРОВОЙ МЕЛЬНИЦЫ В СОЧЕТАНИИ С УДОБСТВОМ ВИБРАЦИОННОЙ

Новая вибрационная мельница ММ 500 от RETSCH сочетает в себе преимущества классических вибрационных и планетарных шаровых мельниц. Благодаря максимальной частоте вибрации 35 Гц мельница ММ 500 первой на рынке способна достигать энергий, достаточных для измельчения образцов до нанодиапазона, не требуя перерывов на охлаждение.

Сегодня планетарные шаровые мельницы считаются самым эффективным оборудованием для длительного измельчения с высокими энергиями, которое может достигать конечной тонкости < 1 мкм, поэтому они подходят, в частности,

для механического легирования или проведения химических реакций. Несмотря на несомненные преимущества в этой области применения, основной недостаток таких мельниц — необходимость делать перерывы на охлаждение, а также меньшее удобство по сравнению с вибрационными мельницами. Новая мельница ММ 500 может восполнить этот пробел. Благодаря **размольному стакану объемом до 125 мл** и возможности **измельчения продолжительностью до 99 часов**, эта мельница бросает вызов планетарным шаровым мельницам, отличаясь, к тому же, **удобством работы** и **большой стойкостью к перегреву.**

ДВА СПОСОБА ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ: УДАРНОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ И СИЛА ТРЕНИЯ

Мельница ММ 500 может использоваться с разным числом размольных шаров разного диаметра, от конфигурации которых зависит способ измельчения: при использовании одного большого размольного шара — это **ударное воздействие**, когда шар большой массы ударяется о стенки размольного стакана. Этот способ оптимален для быстрого тонкого измельчения образцов, однако, не до максимальной возможной тонкости. Также этот способ рекомендуется, если размер частиц исходного материала больше, при этом диаметр размольного шара должен в три раза превышать диаметр самых крупных частиц. Другим существенным преимуществом этих мельниц является удобство работы при использовании только одного размольного шара. Измельчение под действием

ударных сил — уникальная особенность вибрационных мельниц, а мельница ММ 500 позволяет достигать самых высоких энергий благодаря частоте вибрации 35 Гц (2100 об/мин).

При использовании нескольких размольных шаров небольшого диаметра между шарами, стенками размольного стакана и образцом создаются высокие силы трения. Измельчение **под действием сил трения** позволяет добиться высокой конечной тонкости. Это типичная особенность планетарных шаровых мельниц, которые поэтому особенно подходят для измельчения волокнистых образцов. В отличие от планетарных шаровых мельниц, вибрационные мельницы менее склонны к перегреву, из-за того что размольный шар движется по иной траектории.

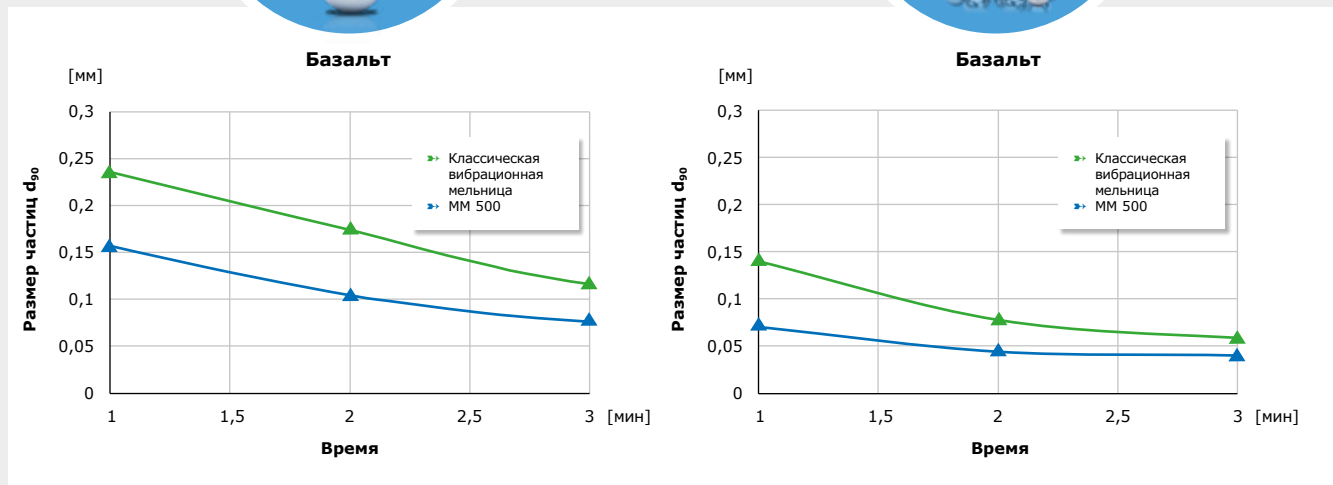


Рис. 1: Измельчение базальта в мельнице ММ 500 и классической вибрационной мельнице.

Слева: Измельчение под действием ударных сил с использованием одного размольного шара большой массы и большого диаметра. Мельница ММ 500 способна достигать высоких энергий измельчения благодаря частоте вибрации 35 Гц и, соответственно, позволяет получать конечную тонкость, в 1,5 раза большую по сравнению с классическими вибрационными мельницами, частота измельчения которых составляет 30 Гц. Измельчение под действием ударных сил позволяет получить те же результаты с помощью мельницы ММ 500, но с размольным стаканом объемом 80 мл, а не 125 мл, поскольку если пространство, в котором будет находиться размольный шар, слишком просторное, нужная для эффективного измельчения частота ударов не будет достигнута.

Справа: Измельчение под действием сил трения с использованием нескольких размольных шаров меньшего диаметра позволяет добиться большей тонкости измельчения, при этом результаты будут одинаковыми независимо от предлагаемых вариантов объема размольного стакана. Как и в предыдущем случае, при частоте вибрации 35 Гц достигается большая конечная тонкость, чем при 30 Гц.

ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ДО НАНОДИАПАЗОНА БЕЗ ПЕРЕРЫВОВ НА ОХЛАЖДЕНИЕ

Мельница MM 500, с одной стороны, обладает всеми преимуществами классических вибрационных мельниц в отношении быстрого тонкого измельчения мягких, эластичных, волокнистых, твердых и хрупких образцов в режиме сухого или криогенного размола, а, с другой стороны, — подходит для целого ряда новых областей применения, ранее недоступных для вибрационных мельниц, например коллоидного измельчения до конечной тонкости <100 нм, а также для механохимического синтеза.

Если образцы планируется измельчать в течение длительного времени, например для достижения конечной тонкости на нанометровом уровне, мельница MM 500 отличается меньшим временем работы по сравнению с планетарными шаровыми мельницами, поскольку не требует перерывов на охлаждение; это серьезное преимущество над планетарными шаровыми мельницами, которые слишком сильно нагреваются во время работы.



Рис. 3: Инновационная конструкция размольных стаканов в креплениях отличается удобством использования и возможностью фиксации всего за несколько секунд. При извлечении образца или проверке уровня заполнения размольные стаканы будут оставаться в креплениях.

УДОБСТВО РАБОТЫ НА НОВОМ УРОВНЕ

Мельница MM 500 поднимает удобство работы на новый уровень. В памяти мельницы можно сохранять до 12 стандартных рабочих программ, управляя программами с сенсорного дисплея диагональю 4,3 дюйма. Если измельчение должно выполняться более 8 ч, можно использовать **программные циклы, 4 из которых можно сохранить в памяти**. В этом случае можно сочетать две группы параметров, повторяя их до 99 раз, так что общее время работы может составлять до 99 ч. Благодаря приложению RETSCH (опция) можно управлять работой мельницы со смартфона или планшета, создавать шаблоны применения, подключаться к базе данных RETSCH или обращаться за помощью к специалистам службы поддержки RETSCH.

Размольные стаканы с креплениями инновационной конструкции, рассчитанные на давление до 5 бар, отличаются безопасностью и удобством работы. Крышка плотно навинчивается на стакан, который устанавливается в крепление; при извлечении образца или проверке уровня заполнения стакан остается в креплении. Установка размольного стакана в крепление гораздо удобнее по сравнению с другими шаровыми мельницами.



На рис. 2 показан график зависимости конечной тонкости от температуры при мокром размоле. Мельница MM 500 работала без перерывов на охлаждение, соответственно общее время работы мельницы было равно чистому времени измельчения. Мельница MM 500 достигла конечной тонкости 0,14 мкм в течение 2 ч чистого времени, при этом у планетарной шаровой мельницы на достижение конечной тонкости 0,18 мкм уходило 5 ч общего времени с перерывами на охлаждение (1 ч чистого времени).

ПРИМЕР: КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ ОБРАЗЦА РЕЗИНЫ



РАЗМЕР ЧАСТИЦ ИСХОДНОГО МАТЕРИАЛА 8 ММ



КОНЕЧНАЯ ТОНКОСТЬ 0,7 ММ

При использовании мельницы MM 500 для криогенного размола, когда образец охрупчивается в жидком азоте для большей эффективности измельчения, достигается конечная тонкость, превосходящая результаты классических вибрационных мельниц с частотой вибрации 30 Гц. Другим преимуществом мельниц MM 500 является больший объем размольных стаканов, позволяющий увеличить производительность по сравнению с другими вибрационными мельницами.

Пример: Криогенный размол гранулированной резины в мельнице MM 500 выполнялся в течение 8 мин с перерывом на охлаждение каждые 2 мин. По сравнению с результатами вибрационной мельницы с частотой вибрации 30 Гц, конечная улучшилась на 40%.

РАЗМОЛЬНЫЕ СТАКАНЫ В КРЕПЛЕНИЯХ МОЖНО ЗАПОЛНЯТЬ ПОЛНОСТЬЮ

Конструкция размольных стаканов позволяет оптимально использовать их полезный объем (рис. 4). Это выгодно отличает их от размольных стаканов обычных вибрационных

мельниц, крышка которых отнимает часть рабочего объема (рис. 5). Заполнить размольный стакан на 60% размольными шарами и жидкостью, что, как правило, делается при мокром

размоле, оказывается непросто. Кроме того, заполнять размольный стакан волокнистыми образцами будет удобнее, если крышка размольного стакана не отнимает часть его объема.



**ПЛОСКАЯ КРЫШКА, 0 % ОБЪЕМА;
ВСЬ ОБЪЕМ РАЗМОЛЬНОГО СТАКАНА**
Можно заполнять "достаточное" количество волокнистых материалов
Можно загружать в размольный стакан размольные шары на 60% от его объема (мокрый размол)
+ образец + жидкость

**КРЫШКА ЗАНИМАЕТ 33 % ОТ ОБЪЕМА РАЗМОЛЬНОГО СТАКАНА;
67 % ОСТАЕТСЯ НА ПОЛЕЗНЫЙ ОБЪЕМ**
Волокнистые образцы могут высыпаться
Можно загружать в размольный стакан размольные шары на 60% от его объема (мокрый размол)
+ образец + жидкость **НЕВОЗМОЖНО**



Рис. 6: Размольные стаканы в креплениях предлагаются в 4 вариантах материалов

ВАРИАНТЫ РАЗМОЛЬНЫХ СТАКАНОВ В КРЕПЛЕНИЯХ

Объем [мл]	Нержавеющая сталь	Закаленная сталь	Оксид циркония	Карбид вольфрама
50				
80				
125				

КОРОТКО О ГЛАВНОМ



Новая мельница MM 500 сочетает преимущества вибрационных и планетарных шаровых мельниц. С одной стороны, она позволяет достигнуть высокой тонкости измельчения всего за несколько секунд, а с другой — отличается мощностью и надежностью, необходимой для длительного измельчения до нанодиапазона или механохимического синтеза. Кроме того, удобство работы делает эту мельницу более безопасной.

ХОЛОДНЕЕ ЛЬДА КРИОГЕННАЯ МЕЛЬНИЦА CRYOMILL

- ✓ КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ СУХОЙ РАЗМОЛ
- ✓ МОКРЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ С ПОМОЩЬЮ СТЕКЛЯННЫХ ГРАНУЛ
- ✓ ПЕРЕМЕШИВАНИЕ

Не все материалы образцов легко измельчаются при комнатной температуре. Для упругих и эластичных материалов, измельчаемых до аналитической тонкости, подходит только криогенный размол. Охлаждение

жидким азотом до $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ позволяет сообщить образцу нужную хрупкость. Кроме того, это позволяет сохранить для анализа летучие соединения, содержащиеся в образце. Охлаждая образец до и в процессе измельчения,

можно предотвратить ухудшение свойств материала под действием высоких температур. Мельница CryoMill от RETSCH идеально подходит для эффективного и безопасного измельчения таких образцов.

АВТОМАТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ПОДАЧИ ЖИДКОГО АЗОТА ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Еще одно важное преимущество мельницы CryoMill — высокий уровень безопасности. Конструкция мельницы предотвращает контакт с жидким азотом. Автоматическая система подачи жидкого азота, осуществляемая под контролем датчика температуры, обеспечивает подачу азота строго в количестве, необходимом для поддержания температуры -196°C .

Автоматическая система охлаждения предотвращает запуск измельчения до того, как образец будет охлажден, снижая потребление азота и обеспечивая достаточную воспроизводимость. Мельницы CryoMill, создающие вибрацию с частотой 30 Гц, измельчают большинство материалов всего за несколько минут.

Для удобства работы с самыми разными материалами можно свободно программировать параметры предварительного охлаждения, время измельчения и интервалы между измельчением. Во время предварительного охлаждения или в продолжение интервала размольный стакан вибрирует с низкой частотой 5 Гц, так что размольный шар все время находится в движении, что предотвращает его застревание в замерзающем образце.

МЕЛЬНИЦА CRYOMILL — ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ

Образец	Объем размольного стакана	Диаметр размольного шара	Материал	Объем образца	Время измельчения	Конечная тонкость
Резина	50 мл	1 x 25 мм	нержавеющая сталь	6 г	2 мин	< 400 мкм
Текстиль	50 мл	1 x 25 мм	нержавеющая сталь	2 г	4 мин	< 500 мкм
Волосы	25 мл	6 x 10 мм	нержавеющая сталь	1 г	4 мин	< 200 мкм
Гранулированный полиэтилен	50 мл	1 x 25 мм	нержавеющая сталь	3 г	4 мин	< 300 мкм

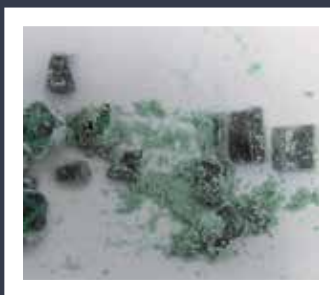
ПРИМЕР: КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ ОБРАЗЦА ПВХ

Диэтилгексилфталат (ДЭГФ) широко используется в качестве пластификатора для поливинилхлорида (ПВХ) — компонента такой продукции, как изоляция кабелей или шланги. При этом использование ПВХ в составе детских игрушек запрещено, так как этот материал считается канцерогенным и небезопасным для репродуктивной системы человека. Продукция, в составе которой имеется ПВХ или аналогичные пластификаторы, должна тщательно анализироваться. Перед анализом проводится пробоподготовка образца в один или два этапа, в зависимости его размеров.

Для измельчения крупных образцов ПВХ подходит режущая мельница SM 300 с 6-дисковым или параллельно-секционным ротором и нижней ситовой вставкой с размером ячеек 6 мм. Полученный гранулированный ПВХ можно измельчать в мельнице CryoMill. Как правило, для измельчения образцов массой ок. 6 г используются размольные стаканы объемом 50 мл из нержавеющей стали с одним размольным шаром диаметром 25 мм, также изготовленным из нержавеющей стали. После автоматического предварительного охлаждения образец измельчается в 9 подходов по 3 мин до достижения конечной тонкости $d_{90} = 200$ мкм.



ОБРАЗЕЦ ПВХ



ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ В РЕЖУЩЕЙ МЕЛЬНИЦЕ SM 300



ТОНКОЕ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ В КРИОГЕННОЙ МЕЛЬНИЦЕ CRYOMILL ДО ДОСТИЖЕНИЯ КОНЕЧНОЙ ТОНКОСТИ 200 МКМ

ВЫБОР ПОДХОДЯЩЕГО УРОВНЯ ЗАПОЛНЕНИЯ РАЗМОЛЬНОГО СТАКАНА И ДИАМЕТРА РАЗМОЛЬНОГО ШАРА ДЛЯ ЭФФЕКТИВНОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ

Перед измельчением образца в шаровой мельнице необходимо учитывать следующие параметры: размер частиц исходного материала (максимальный размер частиц) и требуемая конечная тонкость. От этих параметров зависит процедура измельчения, например выбор сухого или мокрого размола.

СУХОЙ РАЗМОЛ

Сухой размол осуществляется под действием сил удара и трения и позволяет достичь конечной тонкости от миллиметрового до микрометрового диапазона (порядка нескольких десятков микрометров). Чтобы ударное воздействие было наиболее эффективным, размольные шары должны свободно двигаться внутри размольного стакана. В этом случае размольный стакан должен заполняться в следующей пропорции: **1/3 размольных шаров, 1/3 образца и 1/3 свободного пространства**. Свободное пространство необходимо для движения размольных шаров, а также должно учитываться, если образец склонен к тепловому расширению.

Особый случай: Сухой размол волокнистых образцов

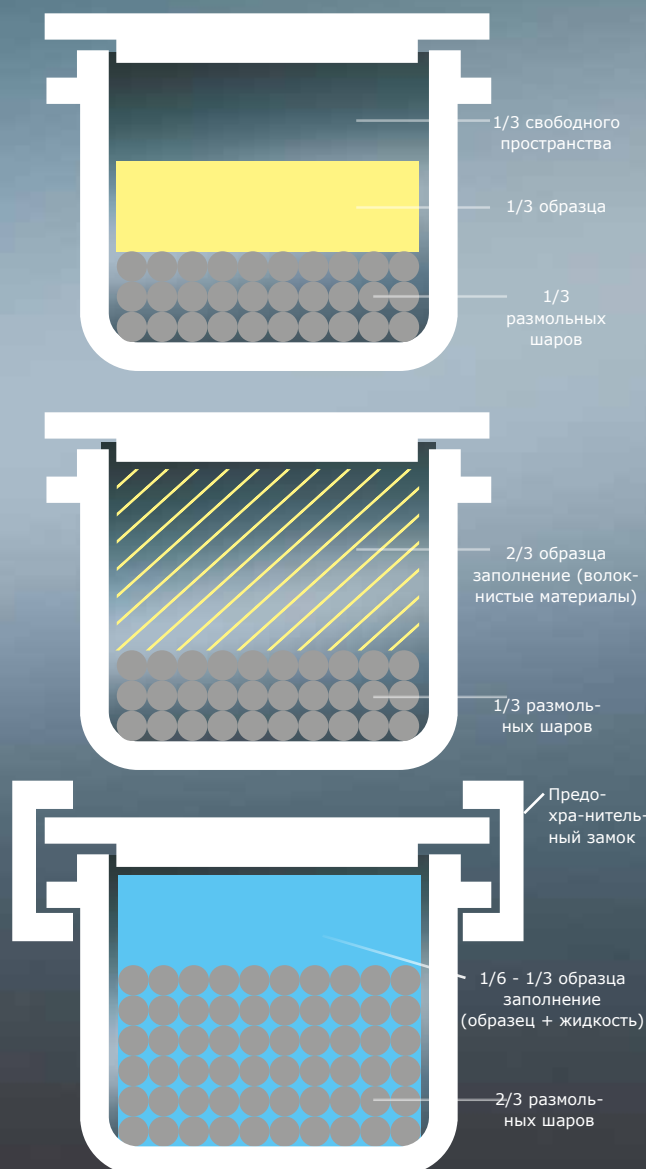
Объем волокнистых образцов при измельчении как правило уменьшается. Поэтому **размольный стакан, заполненный размольными шарами на треть, должен заполняться образцом на весь оставшийся объем**. Во время измельчения может потребоваться добавить образец, чтобы размольный стакан оставался заполненным на треть.

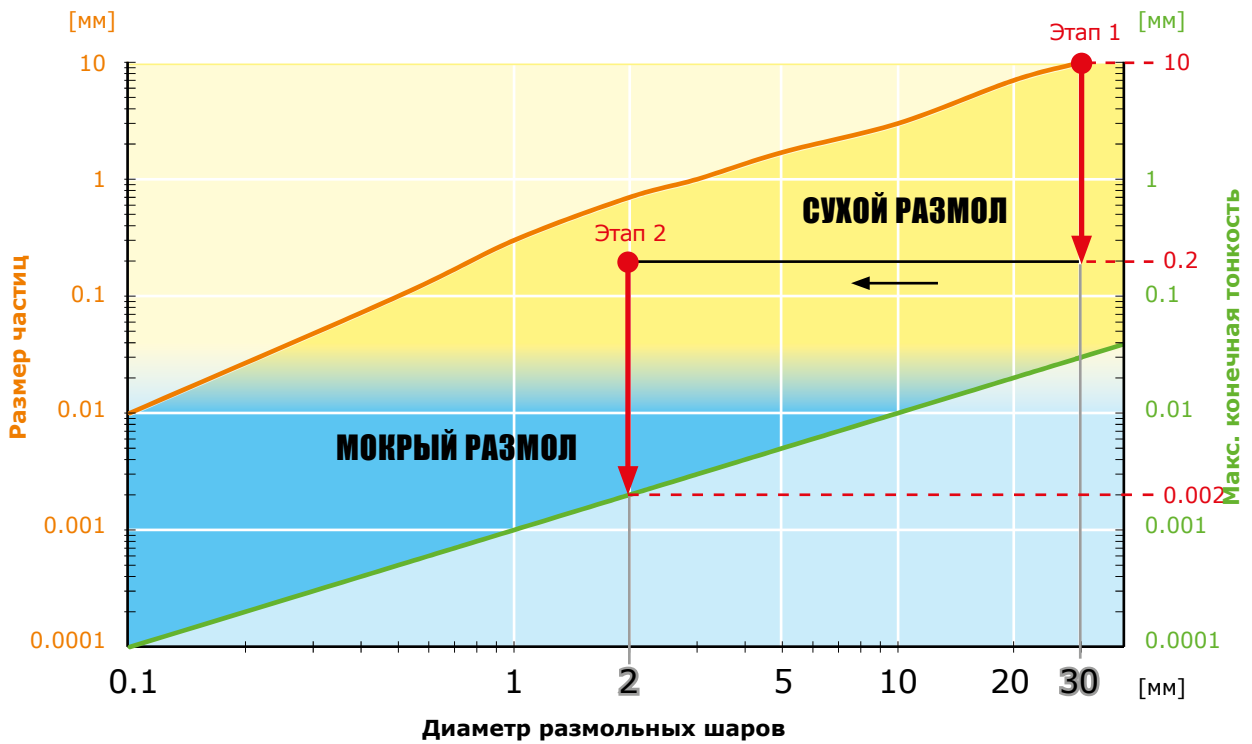
МОКРЫЙ РАЗМОЛ

Для мокрого размола необходимы высокие энергии, а основными силами, участвующими в измельчении, выступают силы трения (тонкие частицы). В данном случае размольный стакан **на 60% заполняется размольными шарами**, поскольку чем больше площадь рабочей поверхности, тем быстрее будет выполняться измельчение. Кроме того, размольные шары не требуют свободного пространства для свободного перемещения внутри стакана. Измельчение с использованием высоких энергий, как правило, занимает несколько часов и выполняется с использованием керамической размольной гарнитуры, например из ZrO_2 или Si_3N_4 , поскольку они обладают достаточной износостойкостью.

Объем образца варьирует в диапазоне от 1/6 до 1/3 объема размольного стакана, в зависимости от теплового расширения. После этого в размольный стакан заливается жидкость, и вся смесь приобретает вязкость, близкую к моторному маслу. Во время измельчения может потребоваться добавить жидкость для поддержания нужной вязкости.

Жидкость подбирается с учетом физических свойств образца. Как правило, материалы, частицы которых имеют заряд, например минералы, измельчаются в воде, этаноле или изопропанолем, а не имеющие заряда (органические соединения) измельчаются в неполярных растворителях, например в нефтяном эфире или гептане.





ВЫБОР ПОДХОДЯЩЕГО ДИАМЕТРА РАЗМОЛЬНЫХ ШАРОВ

В рассмотренном примере тонкому измельчению подвергался образец с исходным размером частиц 10 мм. Согласно общему правилу, диаметр размольных шаров должен в 3 раза превышать диаметр самых крупных частиц, поэтому в данном случае использовался размольный шар диаметром 30 мм. Этот диаметр позволяет достигнуть конечной тонкости ок. 30 мкм. В зависимости от свойств образца выбирается сухой или мокрый размол. Чтобы получить конечную тонкость выше 30 мкм, например 2 мкм, измельчение должно выполняться в два этапа. Сначала образец измельчается в сухой среде до тонкости 200 мкм с использованием размольного шара диаметром 30 мм. Затем использовались размольные шары диаметром 2 мм. После этого, для достижения конечной тонкости 2 мкм, образец измельчался во влажной среде с использованием размольных шаров диаметром 2 мм.

На сайте www.retsch.ru/ball-charge можно найти полное описание шаровых мельниц RETSCH с рекомендациями по заполнению размольного стакана размольными шарами.

ПРОЧИЕ СОВЕТЫ

СООТНОШЕНИЕ ЭНЕРГИИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ И ПЛОТНОСТИ РАЗМОЛЬНЫХ ШАРОВ

Энергия, которую несет размольный шар, зависит от его плотности. Высокоплотные материалы, например карбид вольфрама, отдают гораздо больше энергии, чем, например, ПТФЭ.



ПТФЭ ОКСИД ЦИРКОНИЯ НЕРЖАВЕЮЩАЯ СТАЛЬ КАРБИД ВОЛЬФРАМА

ВЫБОР РАЗМОЛЬНЫХ ШАРОВ И РАЗМОЛЬНЫХ СТАКАНОВ

Чтобы снизить абразивный износ и истирание размольной гарнитуры, материалы размольного стакана и размольных шаров должны быть одинаковыми, а размольные шары должны быть одного размера.



ДЕЙСТВИТЕЛЬНО УНИВЕРСАЛЬНАЯ МЕЛЬНИЦА ДЛЯ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ НЕБОЛЬШИХ ОБЪЕМОВ ОБРАЗЦОВ

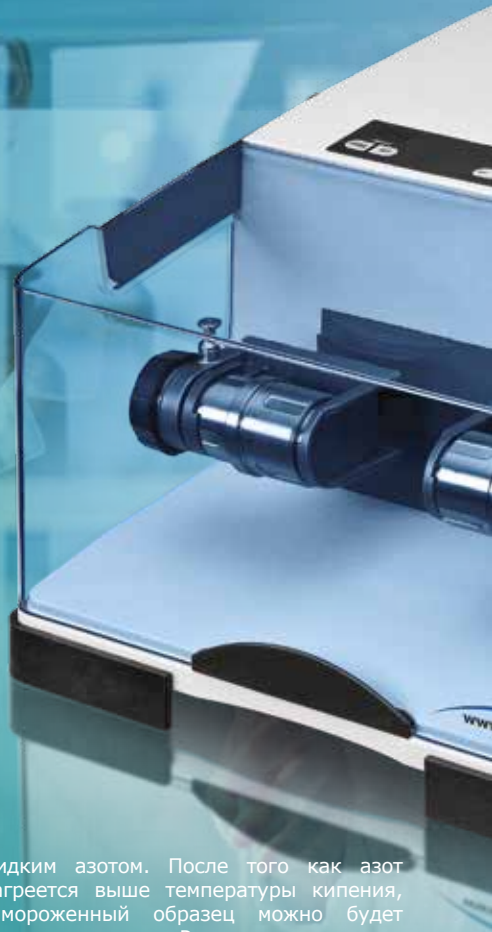
ВИБРАЦИОННАЯ МЕЛЬНИЦА ММ 400

- ✓ СУХОЙ РАЗМОЛ
- ✓ МОКРЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ С ПОМОЩЬЮ СТЕКЛЯННЫХ ГРАНУЛ
- ✓ ПЕРЕМЕШИВАНИЕ

Вибрационная мельница ММ 400, а также базовая модель ММ 200, — это действительно универсальные приборы для решения любых задач по измельчению, перемешиванию и гомогенизации небольших объемов образцов (2 x 20 мл), таких как руда, кости, ткани, волосы, растения, древесина, почва, пластмассы, минералы, фармацевтическая продукция, химикаты и многое другое. Мельница ММ 400 легко справляется с твердыми и хрупкими образцами (например,

горными породами) всего за несколько минут, достигая конечной тонкости 100 мкм или выше. Для быстрого тонкого измельчения, как правило, используется один размольный шар (измельчение выполняется под действием сил удара). Жесткие материалы, например пластмассы, должны предварительно охрупчиваться в жидком азоте, чтобы последующее измельчение было эффективным. Образец и размольный шар помещаются в размольный стакан, который затем охлаждается

жидким азотом. После того как азот нагреется выше температуры кипения, замороженный образец можно будет гомогенизировать. Размольная гарнитура для криогенного размола должна изготавливаться из нержавеющей стали. Также мельница ММ 400 подходит для измельчения волокнистых материалов, например образцов растений и волос, при этом для улучшения трения используются размольные шары меньшего диаметра. Принципы действия мельниц ММ 200, ММ 400 и ММ 500 одинаковые.



ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ ММ 400

Образец	Объем размольного стакана	Диаметр размольного шара	Материал	Объем образца	Время измельчения	Конечная тонкость
Почва	35 мл	10 x 10 мм	оксид циркония	10 г	7 мин	< 20 мкм
Дерево	50 мл	4 x 15 мм	нержавеющая сталь	4 г	4 мин	< 200 мкм
Таблетки с жидким наполнителем	50 мл	1 x 25 мм	нержавеющая сталь; CryoKit	5 шт.	1 мин	< 300 мкм
Оксид хрома	25 мл	1 x 15 мм	карбид вольфрама	15 г	4 мин	< 80 мкм
Цемент	35 мл	1 x 20 мм	оксид циркония	15 г	30 с	< 500 мкм
Стекло	25 мл	4 x 12 мм	карбид вольфрама	10 г	4 мин	< 50 мкм
Экструдированная эпоксидная смола	50 мл	1 x 25 мм	нержавеющая сталь; CryoKit	5 г	12 мин	< 200 мкм
Зуб	25 мл	1 x 15 мм	оксид циркония	1 шт.	3 мин	< 100 мкм
Волосы	25 мл	6 x 10 мм	нержавеющая сталь	1 г	3 мин	< 100 мкм



**КАПСУЛЫ С ЖИДКИМ
НАПОЛНИТЕЛЕМ
(КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ)**



**КОНЕЧНАЯ ТОНКОСТЬ
< 300 МКМ**



ВОЛОСЫ



**КОНЕЧНАЯ ТОНКОСТЬ
< 100 МКМ**

НЕПРЕВЗОЙДЕННАЯ УНИВЕРСАЛЬНОСТЬ БЛАГОДАРЯ БОГАТОМУ ВЫБОРУ ПРИНАДЛЕЖНОСТЕЙ

Благодаря множеству вариантов объема и материала размольных стаканов вибрационные мельницы могут использоваться в самых разных областях применения. Размольные стаканы из нержавеющей стали предлагаются в различных вариантах объема от 1,5 до 50 мл, позволяя подобрать оптимальный объем под нужное количество образца для наиболее эффективного измельчения (см. стр. 12-13). Если материалы размольной гарнитуры не должны оказывать влияния на результаты анализа, используются такие материалы размольной гарнитуры, как карбид вольфрама, оксид циркония или агат. Чтобы эффективность измельчения была максимальной, материал размольной гарнитуры должен иметь большую твердость по сравнению с образцом (см. таблицу ниже). Для установки разнообразных пробирок и бутылей объемом от 1,5 до 50 мл, используемых, например, для перемешивания в таких областях применения, как биотехнологии, предлагаются различные переходники (см. таблицу справа). Комплект для криогенного размола CryoKit позволяет использовать мельницу ММ 400 для охлаждения образца жидким азотом.



МАТЕРИАЛЫ РАЗМОЛЬНОЙ ГАРНИТУРЫ ДЛЯ МЕЛЬНИЦЫ ММ 400

Материал	Плотность	Твердость	Стойкость к абразивному износу	Назначение
Закаленная или нержавеющая сталь	7,6-7,7 г/см ³	≤ 245-250 по Бринеллю	средняя	Измельчение образцов средней твердости, а также твердых и хрупких образцов
Карбид вольфрама	14,8 г/см ³	93,6 по Роквеллу (HRA)	высокая	Измельчение образцов большой твердости и хрупкости
Агат	2,65 г/см ³	6,5-7 по Моосу	низкая	Тонкое измельчение мягких и умеренно-твердых образцов Агат — это природный материал высокой степени чистоты, который подходит для бережного измельчения с невысокими энергиями.
Оксид циркония	6,05 г/см ³	1250 по Виккерсу	высокая	Тонкое измельчение умеренно-твердых, а также твердых и волокнистых образцов. Используется, если размольная гарнитура не должна содержать тяжелых металлов, для сверхтонкого измельчения и для предотвращения изменения цвета образца.

РЕШЕНИЯ ДЛЯ СФЕРЫ БИОТЕХНОЛОГИЙ

ФЛАКОНЫ, БУТЫЛИ И ПРОБИРКИ ДЛЯ МЕЛЬНИЦЫ MM 400

	Расщепление клеток для извлечения ДНК / РНК / белков / метаболитов	Криогенный размол мягких образцов (ткани, растения, клеточная масса, насекомые)	Сухой или мокрый размол мягких образцов (ткани, насекомые)	Сухой размол твердых образцов (кварцевый песок)	Извлечение пестицидов из пищевых продуктов / растений (QuEChERS)	Смешивание порошков со связующим для изготовления таблеток для резонансно-частотного анализа
Одноразовые флаконы 1,5 или 2 мл макс. 2 x 10 флаконов						
Одноразовые флаконы 5 мл макс. 2 x 5 флаконов						
Одноразовые бутылки с широким горлышком 30 мл макс. 2 x 4 бутылки						
Одноразовые конические пробирки для центрифугирования 50 мл макс. 2 x 4 пробирки						

ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ДРОЖЖЕЙ, МИКРОВОДОРОСЛЕЙ И БАКТЕРИЙ (С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СТЕКЛЯННЫХ ГРАНУЛ)

Расщепление клеток под действием сил сдвига, создаваемых стеклянными или керамическими гранулами, является стандартной процедурой в сфере биотехнологий, целью которой выступает извлечение ДНК, РНК, белков или метаболитов. Суспензия клеток со стеклянными гранулами сначала тщательно перемешивается, например в вибрационной мельнице MM 400. Поскольку для отделения ДНК или РНК требуется менее 1 мл клеточного материала, можно использовать флаконы объемом 1,5 или 2 мл. Для извлечения белков или метаболитов требуется большее количество суспензии клеток, и этот процесс можно выполнять, например, в одноразовых пробирках объемом 50 мл. В зависимости от типа клеток, уровень заполнения стеклянными гранулами (50-80 %) и суспензией клеток может отличаться, так же как и время выполнения процедуры (от 30 с до нескольких минут).

КРИОГЕННЫЙ РАЗМОЛ ТКАНЕЙ, КЛЕТОЧНОЙ МАССЫ, РАСТЕНИЙ И НАСЕКОМЫХ

Такие материалы, как волокнистые растения, жесткие ткани или ногти, эффективно измельчаются криогенным размолотом с использованием жидкого азота. В отличие от измельчения с использованием стеклянных гранул (см. выше), заморозка образцов перед измельчением также подходит для расщепления внутриклеточных органелл, например дрожжей. Другое преимущество криогенного размола заключается в сверхнизкой температуре, что позволяет сохранить в целостности молекулы белков. Как только клетка погружается в жидкий азот, все процессы в ней немедленно останавливаются, а риск побочных реакций, которые могут протекать, например, во время измельчения и после извлечения ДНК, сводится к минимуму.

ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ МЯГКИХ ОБРАЗЦОВ (ТКАНИ, НАСЕКОМЫЕ) ИЛИ ТВЕРДЫХ ОБРАЗЦОВ (КВАРЦЕВЫЙ ПЕСОК)

Гомогенизация образцов тканей или насекомых может выполняться, например, в буферном растворе. Важно отметить, что размольные шары должны иметь достаточно большой диаметр, который позволяет эффективно размельчать образцы (5-20 мм), а одноразовую пробирку необходимо наполнить жидкостью (буферным раствором). При использовании конических пробирок для центрифугирования должны использоваться 4 размольных шара диаметром 20 мм, в противном случае пробирки могут треснуть. Измельчение высушенных образцов выполняется с использованием размольных шаров диаметром 5-10 мм без добавления жидкости (пробирки 50 мл не подходят). Образцы высушенных насекомых сильно уменьшаются в объеме в ходе измельчения, поэтому допускается заполнять пробирки полностью. При использовании бутылей с широким горлышком объемом 30 мл должны использоваться размольные шары диаметром 10 мм. Более твердые образцы, например кварцевый песок, измельчаются до достижения конечной тонкости 100 мкм в течение 2 мин.

СМЕШИВАНИЕ ОБРАЗЦОВ ИЛИ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ ИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ / КОРМОВ

Для смешивания порошков или суспензий рекомендуется использовать пробирки объемом 50 мл. Для получения прочных таблеток для резонансно-частотного анализа, изготавливаемых с помощью таблеточного пресса, измельченный образец смешивается со связующим (например, в пропорции 8 г образца на 2 г связующего), смесь заливается в пробирку и подвергается вибрации при частоте 30 Гц в течение 1 мин. Другая важная область применения - метод QuEChERS, предназначенный для извлечения пестицидов из гомогенизированных образцов пищевых продуктов и кормов. Сначала в пробирках готовится смесь солей, а затем выполняется извлечение пестицидов: 10 мл ацетонитрила, смесь солей и 10 г образца подвергаются вибрации на частоте 30 Гц в течение 1-3 мин.

КЛАССИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ТОНКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ПЛАНЕТАРНЫЕ ШАРОВЫЕ МЕЛЬНИЦЫ

Планетарные мельницы отвечают самым строгим требованиям к быстрому и воспроизводимому размолу до аналитической тонкости и даже превосходят их. Они подходят для решения самых сложных задач, от повседневной пробоподготовки до коллоидного измельчения и разработки инновационных материалов. Эти мельницы подходят для измельчения мягких, умеренно-твердых и очень твердых образцов (хрупких и волокнистых) и способны достигать конечной тонкости вплоть до субмикронного диапазона. Мокрый размол делает возможным измельчение

до нанодиапазона, при этом процесс измельчения занимает несколько часов. Помимо обычных задач по измельчению, эти мельницы обладают достаточной энергией для выполнения механического легирования. Важным преимуществом планетарных шаровых мельниц является возможность работы с 4 образцами объемом по 220 мл за одну операцию. Широкий выбор моделей позволяет подобрать мельницу для решения любых задач — от бережного измельчения образцов, чувствительных к высоким температурам, до механохимического синтеза, требующего высоких энергий.

- ✓ СУХОЙ РАЗМОЛ
- ✓ МОКРЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ДО НАНОДИАПАЗОНА
- ✓ МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ
- ✓ ПЕРЕМЕШИВАНИЕ



Рис. 1: Мельницы PM 100 и PM 200 настольного исполнения оснащаются одной или двумя размольными станциями. Мельница PM 400 настольного исполнения, оснащаемая двумя или четырьмя размольными станциями, может работать максимум с 8 образцами одновременно, так как размольные стаканы можно устанавливать друг на друга.

ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ ПЛАНЕТАРНЫХ МЕЛЬНИЦ

Каждый размольный стакан в планетарной шаровой мельнице представляет собой "планету". Эта планета располагается на круглой платформе — планетарном диске. Когда планетарный диск вращается, каждый размольный стакан вращается вокруг своей оси в противоположном направлении. Таким образом, размольные шары стремительно наращивают скорость под действием центробежных и кориолисовых сил. Высвобождающиеся в результате высокие энергии позволяют достигнуть очень высокой тонкости.

Пример: Измельчение титаната бария до нанодиапазона

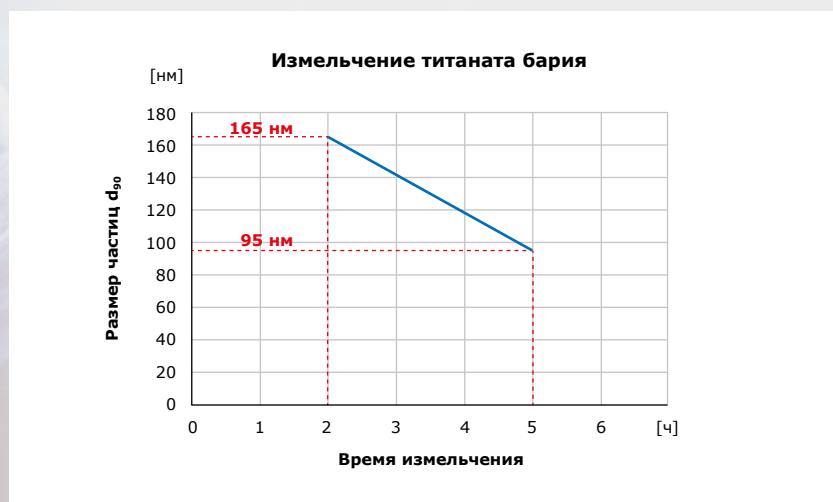


Рис. 2: Результат измельчения 100 г титаната бария в мельнице PM 100 при скорости 500 об/мин. После 2 ч измельчения в среде гептана объемом 260 мл с размольными шарами диаметром 0,5 мм значение параметра d_{90} составило 165 нм. Если увеличить время измельчения до 5 ч, значение параметра d_{90} можно довести до 95 нм.

Механическое легирование

Другая область применения, которая занимает длительное время, — это механическое легирование. В этом случае используются размольные шары, при движении которых высвобождаются максимальные энергии. Мельница PM 400 MA специально предназначена для механического легирования, и, в том числе, может измельчать большие объемы образцов. Пример: 4 x 270 г порошка никеля смешивались с 30 г керамического порошка в течение 90 мин при скорости 400 об/мин в размольных стаканах из нержавеющей стали объемом 500 мл, с использованием размольных шаров из нержавеющей стали диаметром 10 мм (отношение объема образца к объему размольных шаров 1:5).



БОЛЬШОЙ ВЫБОР ПРИНАДЛЕЖНОСТЕЙ

Размольные стаканы Comfort специально разработаны для тяжелых условий работы, например для длительного измельчения, мокрого измельчения, высоких механических нагрузок и максимальных скоростей, а также подходят для механического легирования. Богатый выбор материалов и размеров (12-500 мл) позволяет подобрать конфигурацию для любой области применения, например если материалы размольной гарнитуры не должны влиять на результаты анализа. Благодаря кольцевому уплотнению все размольные стаканы полностью герметичны, не пропуская газ и пыль. При коллоидном измельчении рекомендуется использовать размольный стакан со специальным замком. Это должно обеспечить герметичность размольного стакана при работе с ним в ящике с перчатками, а также при его транспортировке. При измельчении в среде инертного газа рекомендуется использовать аэрационные крышки. Это позволяет работать с такими газами, как аргон или азот. В качестве опции предлагается система GrindControl, позволяющая получать подробную информацию о температуре и давлении внутри размольного стакана.

ПЛАНЕТАРНЫЕ ШАРОВЫЕ МЕЛЬНИЦЫ — ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ

Образец	Модель	Объем размольного стакана	Диаметр размольного шара	Материал	К-во на размольный стакан	Время измельчения	Конечная тонкость
Осадок сточных вод	PM 100	125 мл	7 x 20 мм	нержавеющая сталь	25 г	10 мин	< 400 мкм
Сухая трава	PM 100	500 мл	25 x 20 мм	агат	50 г	60 мин	< 100 мкм
Ляпис-лазурь	PM 200	50 мл	20 x 10 мм	оксид циркония	20 г	2 мин	< 90 мкм
Карбид кремния	PM 400	500 мл	60 x 15 мм	оксид циркония	400 г	20 мин	< 70 мкм
Активированный уголь	PM 100 CM	250 мл	15 x 20 мм	нержавеющая сталь	40 г	15 мин	< 45 мкм



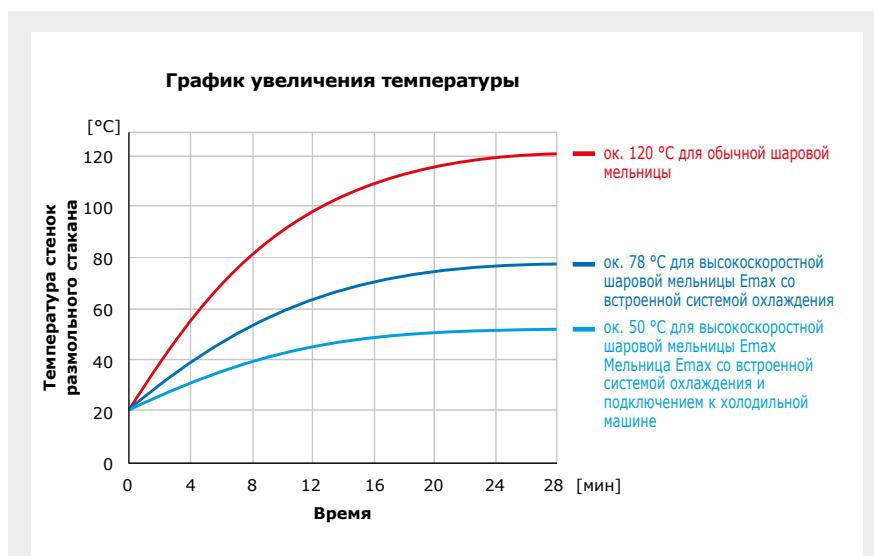
ВЫСОКАЯ СКОРОСТЬ — ПРЕВОСХОДНАЯ КОНЕЧНАЯ ТОНКОСТЬ — ЭФФЕКТИВНАЯ СИСТЕМА ОХЛАЖДЕНИЯ ВЫСОКОСКОРОСТНАЯ ШАРОВАЯ МЕЛЬНИЦА ЕМАХ

- ✓ СУХОЙ РАЗМОЛ
- ✓ МОКРЫЙ РАЗМОЛ
- ✓ ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ДО НАНОДИАПАЗОНА
- ✓ МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ
- ✓ ПЕРЕМЕШИВАНИЕ

Среди разнообразия моделей мельниц RETSCH высокоскоростная шаровая мельница Emax представляет собой идеальный прибор для измельчения до нанодиапазона в самое короткое время, значительно превосходя в этом отношении обычные шаровые мельницы. Мельница Emax уникальна во многих отношениях: ее максимальная скорость составляет 2000 об/мин, особая геометрия размольного стакана и инновационная система жидкостного охлаждения делают ее самым эффективным и мощным прибором в отрасли.

ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ СИСТЕМА ОХЛАЖДЕНИЯ ДЕЛАЕТ НЕНУЖНЫМИ ПЕРЕРЫВЫ НА ОХЛАЖДЕНИЕ

Основная задача при разработке высокоскоростной шаровой мельницы заключалась в обеспечении контроля температуры, поскольку огромная энергия измельчения неизбежно ведет к сильному нагреву размольного стакана. Для этого мельница Emax была оснащена инновационной системой водяного охлаждения, при которой размольный стакан охлаждается через собственное крепление. Такая конструкция более эффективна, чем использование вентиляторов, так как вода обладает значительно большей теплопроводностью, чем воздух. Всё это позволило минимизировать или полностью отказаться от перерывов на охлаждение, неизбежных для обычных шаровых мельниц при долгой работе даже на малой скорости. Помимо использования встроенной системы можно подключить мельницу к холодильной машине или водопроводу, чтобы еще больше увеличить эффективность охлаждения.



* Температура зависит от материала образца, настроек прибора, температуры в помещении, поэтому в конкретных условиях может отличаться

Рис. 1: Чтобы еще больше увеличить эффективность системы водяного охлаждения мельницы Emax, ее можно подключить к внешней холодильной машине.

ЗНАЧИТЕЛЬНАЯ ЭКОНОМИЯ РАБОЧЕГО ВРЕМЕНИ

Высокие энергии – необходимое условие для эффективного измельчения до нанодиапозона или получения новых материалов методом механохимического синтеза. Максимальная скорость 2000 об/мин, а также непрерывный процесс измельчения позволяют значительно сократить рабочее время по сравнению с другими шаровыми мельницами.

Ниже приведен пример из фармацевтической отрасли, раскрывающий возможности мельницы Emax по измельчению ингредиентов продукции, чувствительных к высоким температурам.

Производные кортизола измельчались в мельнице Emax в течение 5 мин до конечной тонкости 300 нм, не превышая максимальную температуру 45 °С. Для измельчения в планетарных шаровых мельницах потребовалось чистое время 30 мин плюс дополнительные 2,5 ч простоя на охлаждение.



ТЕМПЕРАТУРА ПОД КОНТРОЛЕМ

Программное обеспечение мельниц Emax позволяет устанавливать минимальную и максимальную температуру при измельчении. По достижении максимальной температуры мельница автоматически прерывает работу и возобновляет ее только после того, как размоленный стакан остынет до минимальной температуры. Эта функция особенно полезна при измельчении образцов, чувствительных к нагреву.

На примере полисахаридов хорошо видно положительное влияние системы автоматического контроля температуры на качество образцов, чувствительных к высоким температурам. В рассмотренном случае максимальная допустимая температура при измельчении составляла 80 °С. При использовании обычных шаровых мельниц циклы измельчения и охлаждения должны рассчитываться эмпирически, что обычно приводит или к порче образца, или к увеличению рабочего времени. Во время работы мельницы Emax циклы измельчения и охлаждения периодически сменяются, а температура поддерживается в заданном диапазоне, таким образом, обеспечивая высокую воспроизводимость и скорость получения результатов.

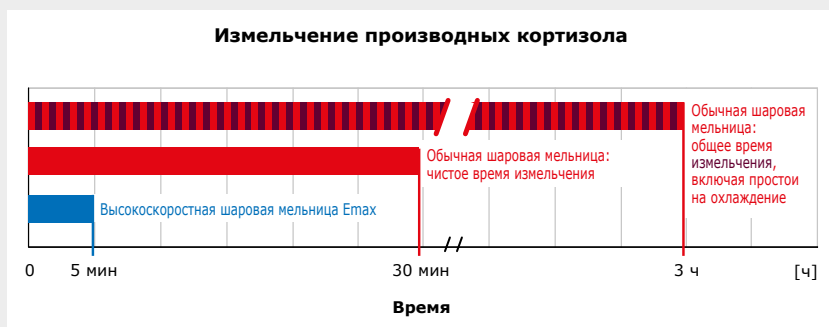


Рис. 2: Мельница Emax дает экономию рабочего времени по сравнению с обычными шаровыми мельницами почти 3 ч (на примере производных кортизола).



Рис. 3: Измельчение оксида алюминия в вибрационной мельнице MM 500 и мельнице Emax.

Другой пример высокоэффективного измельчения в мельнице Emax — оксид алюминия. Такой же образец измельчался в мельнице MM 500, которая также может непрерывно работать без перерывов на охлаждение. Высокие энергии, высвобождающиеся при скорости 2000 об/мин (чего можно достигнуть только при использовании водяного охлаждения), позволяют мельнице Emax достигать конечной тонкости 0,18 мкм всего за 5 мин.

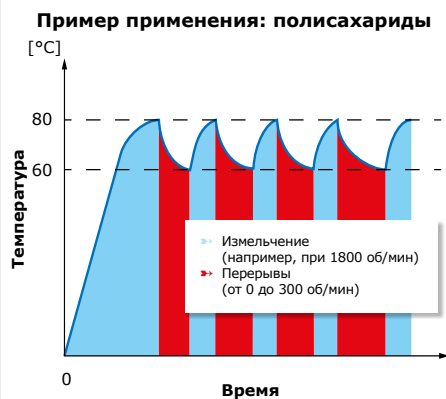


Рис. 4: Измельчение полисахаридов в заданном температурном диапазоне от 60 до 80°C. Программное обеспечение мельницы Emax автоматически корректирует перерывы на охлаждение.

СОХРАНЕНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛА МЕЛЬНИЦА XRD-MILL MCCRONE

Джеймс Атли, младший научный сотрудник факультета геонаук Ливерпульского университета, рассказывает, как мельница XRD-Mill McCrone эффективно решает задачи пробоподготовки к рентгенографическому анализу.

Метод рентгенографического анализа, открытый более ста лет назад, может дать человеку ответы на многие интересные вопросы: Что могут рассказать минералы, например обычная глина, о климате прошлого, и как минералы, месторождения которых расположены в тектонических разломах, могут повлиять на землетрясения?

Рентгенодифракционный метод позволяет изучить структуру кристаллических материалов; некоторые из этих материалов более прочные и стойкие к перепадам температур, чем другие. Кристаллическая структура похожа на веревочную лестницу на детской площадке, в которой главный параметр — это расстояние между натянутыми канатами. Если въехать на детскую площадку на тракторе, можно так повредить структуру веревочной лестницы, что понять, как она выглядела изначально, будет очень сложно. Поэтому наши задачи следующие:

- **ПОЛУЧИТЬ СВЕРХТОНКИЙ И ТЩАТЕЛЬНО ПЕРЕМЕШАННЫЙ ПОРОШОК С УЗКИМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ЧАСТИЦ ПО РАЗМЕРАМ**
- **ИЗБЕГАТЬ ЗНАЧИТЕЛЬНЫХ УДАРНЫХ СИЛ И ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУР**

Только мельница XRD-Mill McCrone в полной мере отвечает этим требованиям, обеспечивая надежность пробоподготовки к рентгенодифракционному анализу.



Размольная гарнитура мельницы включает в себя 48 откалиброванных цилиндров размером 12 x 12 мм каждый. Материал размольной гарнитуры можно выбрать в зависимости от области применения: оксид циркония, корунд или агат. Множество мелющих тел небольшого диаметра создают гораздо больше точек контакта, по сравнению с эквивалентными шаровыми мельницами. Мелющие тела скользят друг относительно друга, а также ударяются друг о друга во время измельчения. Частые точки контакта более важны, чем энергия ударов.

В размольный стакан должна заливаться жидкость, обычно дистиллированная вода или, если измельчаются водорастворимые минералы, спирт. Использование жидкости, в среде которой выполняется измельчение, позволяет добиться большей эффективности за счет более эффективной циркуляции частиц по размольному стакану, а также обеспечить ее охлаждение.

Подводя итоги, скажем, что мельница XRD-Mill McCrone отвечает всем требованиям, предъявляемым к пробоподготовке к рентгенодифракционному анализу минералов, так как она позволяет получить тонкий порошок с узким распределением частиц по размерам, сохранив кристаллическую структуру материала за счет минимизации ударных сил и высоких температур.

ДЛЯ БОЛЬШИХ ОБЪЕМОВ ОБРАЗЦОВ БАРАБАННАЯ МЕЛЬНИЦА ТМ 300

Несмотря на то, что шаровые мельницы предлагаются в различных вариантах форм и размеров, максимальный объем образца, который они могут измельчить, достаточно мал, не более 880 мл. Только барабанная мельница ТМ 300 от RETSCH может справиться с измельчением до 20 л образца за одну операцию.

При установке соответствующего модуля можно использовать барабанные мельницы в качестве шаровых или стержневых. Стандартный объем размольного барабана от 5 до 43,4 л. Мельница ТМ 300 подходит для сухого или мокрого размола, позволяя достигнуть конечной тонкости до 20 мкм, в зависимости от материала образца.

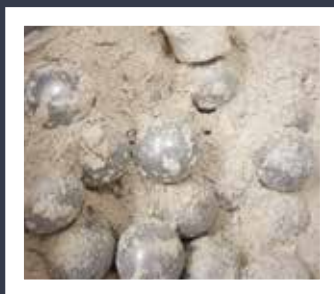
В барабанной мельнице образец (как правило, предварительно измельченный) помещается внутрь барабана, где также находятся размольные шары или стержни, и подвергается воздействию внешних сил. Барабанные мельницы имеют регулируемую, но невысокую скорость измельчения 15-80 об/мин, поэтому допускается использовать комбинации размольных шаров разного диаметра. Это позволяет уменьшить время измельчения.

Мельницы ТМ 300 оснащаются поворотной вилкой и фиксирующим механизмом для удобства доступа к образцу. Стандартный размольный барабан объемом 21,5 л заполняется размольными шарами массой 20 кг и диаметром 20 мм. Также нередко используются размольные шары диаметром 5 мм, 10 мм или 30 мм. Для эффективного измельчения требуется достаточное количество шаров или стержней.

Крышка барабана легко снимается благодаря быстродействующему замку, поэтому очищать барабан очень удобно. Данная модель оснащается прочным звукозащитным кожухом.



ПРИМЕР: ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ГРИБОВ



Образец сушеных грибов массой 140 г измельчался до конечной тонкости 100 мкм в течение 90 мин при скорости 60 об/мин в размольном барабане объемом 10 л, заполненном размольными шарами из нержавеющей стали массой 10 кг и диаметром 20 мм.

ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ БАРАБАННОЙ МЕЛЬНИЦЫ ТМ 300

Образец	Диаметр барабана	Диаметр размольного шара	Материал	Объем образца	Время измельчения	Конечная тонкость
Титан (шлак)	21,5 л	20 мм (20 кг) + 10 мм (13 кг)	нержавеющая сталь	4,4 л	12 ч	< 30 мкм
Целлюлозные волокна	21,5 л	30 мм (20 кг) + 40 мм (11 кг)	нержавеющая сталь	12 л	15 ч	< 50 мкм

RETSCH — Более 100 лет инноваций

Компания RETSCH — мировой лидер в области разработки оборудования для пробоподготовки, не влияющего на результаты анализа, а также оборудования для анализа твердых материалов.

Компания RETSCH, имея за плечами почти столетний опыт работы в отрасли, разрабатывает оборудование для измельчения и ситового анализа, отличающееся превосходной эффективностью, удобством работы, безопасностью и долговечностью.

Подпишитесь на нашу новостную рассылку!

Вы сможете получать эксклюзивную информацию о семинарах/вебинарах, выпуске новой продукции и ее практическом применении.

Оформить подписку:



www.retsch.ru/newsletter

От подписки можно отказаться в любой момент.



Возможны технические изменения, вносимые в текст, в случае ошибок • 99.997.0044/RU • Источники иллюстраций, использованных в данной публикации: www.iStockphoto.com, www.fotolia.com, www.shutterstock.com

ООО "ВЕРДЕР САЙНТИФИК" | Адрес: 190020, г. Санкт-Петербург, ул. Бумажная, д. 17 |
Тел.: +7 (812) 777-11-07 | Факс: +7 (812) 325-60-73 | Эл. почта: info@verder-scientific.ru | Сайт: www.retsch.ru



Компания RETSCH, являющаяся подразделением VERDER Group, устанавливает стандарты в области высокотехнологичного научного оборудования для контроля качества, а также для исследований и разработок. В область деятельности подразделения входит разработка технологий пробоподготовки и анализа.



ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ
Eltra GmbH
www.eltra.com/ru



ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТВЕРДОСТИ
Qness GmbH
www.qness.ru



ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ И РАССЕВ
Retsch GmbH
www.retsch.ru



ТЕРМООБРАБОТКА
Carbolite Gero Ltd.
Carbolite Gero GmbH & Co. KG
www.carbolite-gero.ru



МАТЕРИАЛОГРАФИЯ
ATM GmbH
www.atm-m.ru



ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
Retsch Technology GmbH
www.retsch-technology.ru