

Revolutionäre  
2,000 min<sup>-1</sup>

Liquid  
Cooling

## HOCHLEISTUNGS- KUGELMÜHLEN

ZERKLEINERUNG UND PARTIKELMESSUNG  
BIS IN DEN NANOMETERBEREICH

10<sup>-9</sup>m

10<sup>-6</sup>m

10<sup>-3</sup>m



HOCHLEISTUNGS-KUGELMÜHLE  
Emax



PLANETEN-KUGELMÜHLE  
PM 100



SCHWINGMÜHLE  
MM 400



CRYOMILL



PLANETEN-KUGELMÜHLE  
PM 400



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

„Nano“ ist in aller Munde und Produkte, die Nanopartikel enthalten, gehören inzwischen zu unserem Alltag. Man findet ultrafeine Teilchen in Sonnencremes, Textilien, Medikamenten oder Lacken, wo sie für bestimmte Eigenschaften verantwortlich sind, die dem Produkt einen Zusatznutzen geben.

Auch RETSCH und RETSCH TECHNOLOGY setzen auf Nanotechnologie! **Das revolutionäre Design der neuen Hochleistungs-Kugelmühle E<sub>max</sub> ermöglicht die Herstellung von Nanopartikeln in einem Bruchteil der Zeit, die vergleichbare Mühlen benötigen.** Das Gerät arbeitet mit Umdrehungszahlen von bis zu 2.000 min<sup>-1</sup>, was ein absolutes Novum für eine Kugelmühle darstellt. Lesen Sie in dieser Ausgabe von „die probe“, wie die RETSCH Entwickler im E<sub>max</sub> **höchste Zerkleinerungsenergie mit einer innovativen Wasserkühlung kombiniert** haben – mit dem Ergebnis, dass der E<sub>max</sub> das kontinuierliche Mahlen ohne Pausenzeiten erlaubt! Zerkleinern bis in den Nanometerbereich ist ebenfalls auch mit den bewährten Planeten-Kugelmühlen von RETSCH möglich. In dieser Ausgabe werden aber nicht nur die Kugel- und Schwingmühlen präsentiert, sondern auch typische Hochenergie-Anwendungen wie mechanisches Legieren und Kolloidvermahlungen werden erläutert.

Wenn es um die zuverlässige Messung der Mahlergebnisse im Nanometerbereich geht, kommt RETSCH TECHNOLOGY ins Spiel. Mit dem neuen Laserstreulicht-Spektrometer Horiba LA-960 können Partikel in einem Messbereich von 10 nm bis 5 µm schnell und präzise detektiert werden.

Viel Spaß beim Lesen!

Ihr  


Dr. Jürgen Pankratz  
 Geschäftsführer, VERDER SCIENTIFIC

# INHALT

**HOCHLEISTUNGS-KUGELMÜHLE E<sub>max</sub> – DIE REVOLUTION IN DER FEINZERKLEINERUNG SEITE 04**



Die neue Dimension in der Hochleistungszerkleinerung: 2.000 Umdrehungen pro Minute für feinste Ergebnisse in kürzester Zeit kombiniert mit einem hocheffektiven Kühlsystem.

**PLANETEN-KUGELMÜHLEN – DIE KLASSIKER FÜR FEINSTVERMAHLUNGEN SEITE 08**



Das planetarische Prinzip ermöglicht hohe Energieeinträge und Feinheiten bis in den Submikronbereich. Ideale Voraussetzungen für Kolloidvermahlungen und mechanisches Legieren.

**MECHANISCHES LEGIEREN SEITE 10**

Hochleistungs-Kugelmühlen und Planeten-Kugelmühlen liefern die nötige kinetische Energie für das mechanische Legieren. Mit der PM 400 MA bietet RETSCH ein eigenes Modell speziell für diese Applikation an.

**KOLLOIDVERMAHLUNG ZUR ERZEUGUNG VON NANOPARTIKELN SEITE 12**

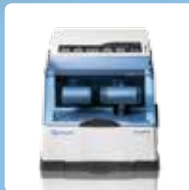
Um kleine Partikel durch mechanische Kräfte noch weiter zu zerkleinern, bedarf es eines hohen Energieeintrags wie er in den Planeten-Kugelmühlen oder der Hochleistungs-Kugelmühle E<sub>max</sub> von RETSCH erzeugt wird. Wichtig für eine erfolgreiche Nanovermahlung sind außerdem die Wahl einer geeigneten Mahlgarnitur sowie die optimale Kugelfüllung.

**SCHWINGMÜHLE MM 400 – ALLROUNDER FÜR KLEINE MENGEN SEITE 14**



Schnelle und effektive Homogenisierung kleiner Probenmengen – dafür sind Schwingmühlen die beste Wahl.

**CRYOMILL – EISKALT ZERKLEINERN SEITE 16**



Wenn bei Raumtemperatur keine Zerkleinerung mehr möglich ist, kommt die CryoMill zum Einsatz. Für zähes und elastisches Material ebenso geeignet wie für Proben mit leichtflüchtigen Bestandteilen.

**PARTIKELGRÖSSENANALYSE BIS IN DEN NANOMETERBEREICH SEITE 18**



Zur Bestimmung von Partikelgrößen bis in den Nanometerbereich haben sich Laserstreulicht-Spektrometer in der Praxis bewährt. Der neue Horiba LA-960 von RETSCH TECHNOLOGY bietet in diesem Anwendungsbereich Flexibilität und Präzision.

# KLEINE TEILCHEN, GROSSE WIRKUNG: ZERKLEINERUNG BIS IN DEN NANOMETERBEREICH

Die Nanotechnologie ist eine der innovativsten Entwicklungen unserer Zeit, welche Bereiche wie Materialwissenschaften, Pharmazie, Lebensmittel, Pigmente oder Halbleitertechnik revolutioniert. In der Nanotechnologie werden Teilchen betrachtet, die im Bereich 1 – 100 nm liegen und auf Grund ihrer Größe besondere Eigenschaften aufweisen, da die Oberfläche gegenüber dem Volumen stark vergrößert ist („größeninduzierte Funktionalitäten“). Kleinstpartikel sind beispielsweise härter oder bruchfester als größere Partikel. Viele Effekte, die aus der Natur bekannt sind, werden durch die Nanotechnologie kommerziell nutzbar, wie z. B. der Lotuseffekt. Dieser bewirkt, dass an nanobeschichteten Textilien oder Lacken Schmutz und Wasser einfach abperlen.

# NANO

Wie aber werden Nanopartikel erzeugt? Zum einen lassen sie sich im „Bottom-up“ Verfahren aus Atomen oder Molekülen synthetisieren. Im **„Top-down“ Verfahren hingegen werden größere Partikel, z. B. mithilfe von Labormøhlen, zerkleinert.** Kleine Partikel weisen durch das extrem vergrößerte Verhältnis von Oberfläche zu Volumen Oberflächenladungen auf, so dass die Partikel elektrostatisch zueinander gezogen werden.

Nanopartikel werden durch Kolloidvermahlung erzeugt. Dabei werden die Partikel in Flüssigkeit dispergiert, was die Oberflächenladungen neutralisiert. Je nach Probenmaterial kann Wasser oder ein Alkohol als Dispersens genutzt werden. In manchen Fällen ist die Neu-

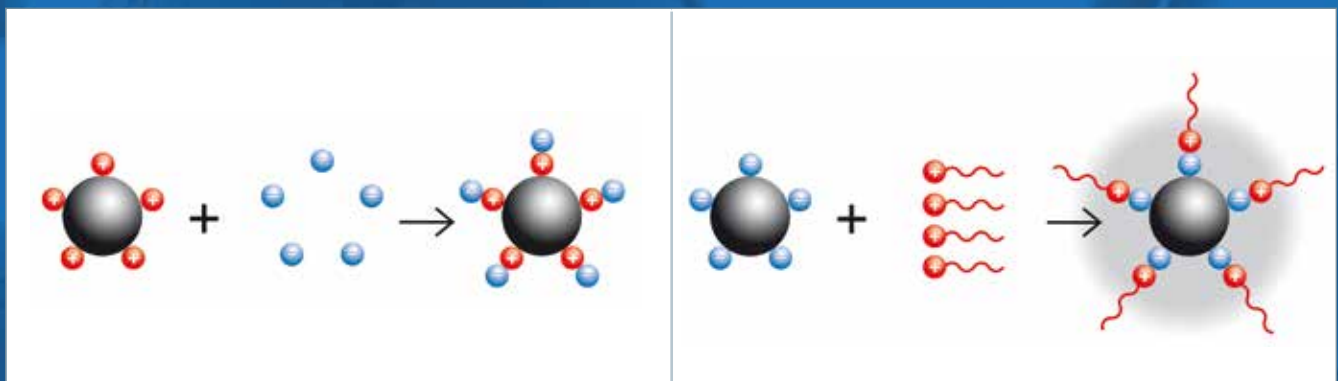
tralisierung von Oberflächenladungen erst durch Puffer wie Natriumphosphat oder durch Zugabe von Molekülen mit längeren ungeladenen Molekülschwänzen wie Diaminopimelinsäure (DAP) möglich (elektrostatische oder sterische Stabilisierung).

RETSCH besitzt mit den **Planeten-Kugelmøhlen und der Hochleistungsmøhle Emax die geeigneten Møhlen** und das notwendige Know-How für die Nanovermahlung. Wichtige Kriterien für eine erfolgreiche Nanovermahlung sind:

- Werkstoff der Mahlgarnitur
- Kugelgröße
- Verhältnis Kugel/Probe/Dispersens
- Mahldauer
- Energieeintrag

Der E<sub>max</sub> bietet den Vorteil, dass die Reibungswärme, die bei der Vermahlung bis in den Nanometerbereich entsteht, dank eines innovativen Kühlsystems weitestgehend abgeführt wird.

Die Mahlbecher „comfort“, die in den Planeten-Kugelmøhlen eingesetzt werden, eignen sich hervorragend für Kolloidvermahlungen. Selbst bei Druckaufbau im Inneren des Mahlbechers kann dank der O-Ring Dichtungen keine Flüssigkeit austreten. Zum komfortablen Transport weisen die Mahlbecher Griffkörper auf. Spezielle Sicherheitsverschlüsse sorgen außerdem für eine sichere Anwendung. Die Mahlbecher des E<sub>max</sub> verfügen über einen integrierten Sicherheitsverschluss.



Neutralisation von geladenen Partikeln durch Zugabe eines Puffers (elektrostatische Stabilisierung, links) oder durch Zugabe von langkettigen Molekülen (sterische Stabilisierung, rechts)

# E<sub>max</sub>

DIE REVOLUTION IN DER FEINZERKLEINERUNG

Revolutionäre  
2,000 min<sup>-1</sup>  
Liquid  
Cooling

Der E<sub>max</sub> ist eine völlig neue Kugelmühle, die speziell für die Hochleistungs-Vermahlung entwickelt wurde. Die in einer Kugelmühle bislang unerreichte Drehzahl von 2.000 min<sup>-1</sup> in Verbindung mit der speziellen Form der Mahlbecher erzeugt eine extrem hohe Zerkleinerungsenergie. Die einzigartige Kombination aus Prall, Reibung und kreisenden Mahlbecherbewegungen resultiert in ultrafeinen Partikelgrößen, die schon nach kürzester Zeit erreicht werden. Dank der neuartigen Wasserkühlung wird überschüssige Wärmeenergie abgeführt, so dass die Probe auch bei längerer Mahldauer nicht überhitzt.

Aus diesem Grund ist das Tischgerät E<sub>max</sub> optimal für kontinuierliche Vermahlungen geeignet. Da keine Abkühlpausen erforderlich sind, ist die Mahldauer im E<sub>max</sub> deutlich kürzer als bei konventionellen Planeten-Kugelmühlen. Der extrem hohe Energieeintrag bei 2.000 min<sup>-1</sup> in Verbindung mit der einzigartigen Wasserkühlung sorgt für perfekte Bedingungen für das mechanische Legieren oder Vermahlungen bis in den Nanometerbereich.



Abb.1: Der E<sub>max</sub> verfügt über 2 Mahlstellen.

E<sub>max</sub>

Produktvideo zum E<sub>max</sub>  
auf [www.retsch.de/emax](http://www.retsch.de/emax)

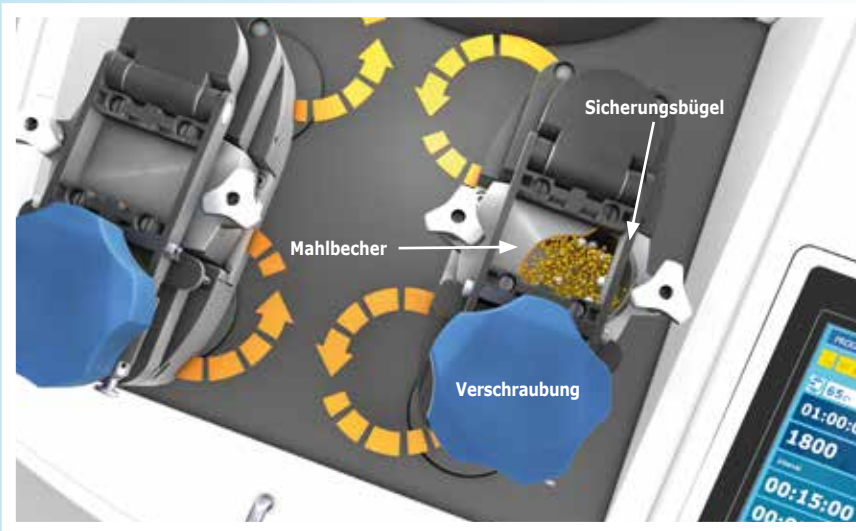


Abb. 2: Die Mahlbecherhalterungen sind jeweils auf zwei Scheiben befestigt, die sich gleichsinnig drehen und damit die Mahlbecher auf einer Kreisbahn bewegen, ohne dass diese ihre Ausrichtung ändern. Der vierfache Exzentertrieb sorgt für die präzise gegensynchrone Bewegung der Mahlbecher. Massenkräfte werden durch integrierte Ausgleichsgewichte eliminiert.

## FUNKTIONSPRINZIP

Der neuartige Zerkleinerungsmechanismus **des Emax vereint die Vorteile verschiedener Mühlentypen:** Hochfrequenter Prall (Schwingmühle), intensive Reibung (Scheiben-Schwingmühle) und kontrollierte, kreisende Becherbewegungen (Planeten-Kugelmühle) sorgen für eine beispiellose Zerkleinerungsleistung. Diese einzigartige Kombination wird durch die ovale Form und die Bewegung der Mahlbecher erzeugt. Die Mahlbecherhalterungen sind jeweils auf zwei Scheiben befestigt, die sich gleichsinnig drehen und damit die Mahlbecher auf einer Kreisbahn bewegen, ohne dass diese ihre Ausrichtung ändern. Durch das Zusammenspiel von Bechergeometrie und Bewegungsmechanik entsteht eine starke Reibung zwischen Kugeln, Probe und Becherwänden sowie eine hohe Beschleunigung, die die Kugeln an den Becherrundungen mit starkem Prall auf die Probe treffen lässt. Daraus resultiert eine deutlich bessere Durchmischung der Partikel mit höheren Endfeinheiten und engeren Partikelgrößenverteilungen als es bisher in Kugelmühlen möglich war.

## HIGHLIGHTS

- Schnellere und feinere Vermahlung als mit jeder anderen Kugelmühle
- Drehzahlen bis 2.000 min<sup>-1</sup> ermöglichen die extrem schnelle Pulverisierung der Probe
- Innovatives Wasserkühlsystem erlaubt Langzeitvermahlungen ohne Abkühlphasen
- Neuartiges Mahlbecherdesign ermöglicht eine bessere Durchmischung der Probe und damit eine enge Partikelgrößenverteilung
- Patentiertes Antriebskonzept
- Mahlbecher mit integriertem Sicherheitsverschluss
- Speicherung von 10 SOPs
- Auswahl an Werkstoffen gewährleistet kontaminationsneutrale Vermahlung

Abb. 3: Die besondere Mahlbechergeometrie erlaubt eine bessere Durchmischung der Probe.



## Technische Daten



|   |   |
|---|---|
| www.retsch.de/emax  |   |
| Anwendungen:  | Zerkleinern, Homogenisieren, Nanovermahlung, mechanisches Legieren, Kolloidvermahlung   |
| Aufgabengröße*:   | <5 mm   |
| Endfeinheit*:   | <80 nm  |
| Probenvolumen*:   | max. 2 x 45 ml  |
| Mahlstellen:  | 2   |
| Mahlbechergrößen:   | 50 ml / 125 ml  |
| Umdrehungszahl:   | 300 – 2.000 min <sup>-1</sup>   |
| Kühlung mit Temperaturkontrolle:                                    | Kontrollierte Kühlung mit Wasser (Anschluss an Umlaufkühler oder Wasserleitung möglich) |
| Mahlbecher:   | mit integriertem Sicherheitsverschluss und optionalem Begasungsdeckel                   |
| Material der Mahlgarnituren:  | Rostfreier Stahl, Wolframkarbid, Zirkonoxid   |
| Speicherbare SOPs:  | 10  |
| Abmessungen (B x H x T):  | 625 x 525 x 645 mm  |
| *abhängig vom Probenmaterial und Gerätekonfiguration/-einstellungen |   |

## SCHNELLER – FEINER – $E_{max}$

### Leistungsvergleich Feinheit und Mahldauer

Endfeinheiten im Nanometerbereich können nur durch eine Nassvermahlung erreicht werden (siehe Tipps für die Kolloidvermahlung S. 12). Für diese Methode werden Mahlkugeln mit einem Durchmesser von 0,1 mm – 3 mm in großer Anzahl verwendet, die sehr viel Reibung erzeugen. **Beim  $E_{max}$  wird die so entstehende Zerkleinerungsenergie durch die Umdrehungszahl von  $2.000 \text{ min}^{-1}$  noch verstärkt.** Dabei nutzt der  $E_{max}$  den hohen Energieeintrag voll aus, weil die einzigartige Wasserkühlung die aus der Reibung resultierende Wärme rasch abführt. Ohne effektive Kühlung würden sich sowohl die Probe als auch die Mühle zu stark erwärmen. Je nach Probencharakteristika und Zerkleinerungsmodus wird bei vergleichbaren Planeten-Kugelmühlen eine Einhaltung von ca. 60% Pausenzeiten im Gesamtmahlprozess empfohlen, damit Probe und Gerätemechanik nicht zu heiß werden. Im Gegensatz dazu kann der  $E_{max}$  durch die effiziente Wasserkühlung kontinuierlich betrieben werden.

In einem Versuch wurde das Pigment Titandioxid im  $E_{max}$  vermahlen (50 ml Mahlbecher aus Zirkonoxid, 110 g Mahlkugeln 0,1 mm Zirkonoxid, 10 g Probe und 15 ml 1% Natriumphosphat).

**Nach 30 Minuten Mahldauer lag der  $d_{90}$ -Wert bei 87 nm.** In dieser Zeit (exklusive Mahlpausen) konnte die Probe in der stärksten Planeten-Kugelmühle nicht bis in den unteren Nanometerbereich zerkleinert werden, es wurde lediglich eine Endfeinheit von 476 nm erzielt. Damit erreichte der  $E_{max}$  im Vergleich zur Planeten-Kugelmühle eine 5-fach höhere Endfeinheit (Abb. 4).

### Leistungsvergleich Mahldauer

Die Überlegenheit des  $E_{max}$  wird beim Blick auf die Mahldauer besonders deutlich. Abbildung 5 zeigt das Ergebnis einer Vermahlung von Graphit bei  $2.000 \text{ min}^{-1}$  im  $E_{max}$  (50 ml Mahlbecher aus Zirkonoxid mit 5 g Probe, 110 g Mahlkugeln  $\varnothing$  1 mm Zirkonoxid und 13 ml Isopropanol) und in der stärksten Planeten-Kugelmühle. Da es sich bei Graphit um ein Schmiermittel handelt, erfordert die Zerkleinerung einen besonders hohen Energieeintrag. **Bereits nach 1 Stunde Mahldauer wiesen 90% der Probe im  $E_{max}$  eine Feinheit von  $13 \mu\text{m}$  auf, ein Wert, der von der Vergleichsmühle erst nach 8 Stunden Mahldauer (exklusive Pausen) erreicht wurde.** Die überlegene Leistung des  $E_{max}$  wird auch bei der Betrachtung der erreichten Endfeinheiten nach 8 Stunden reiner Mahldauer deutlich: mit einem  $d_{90}$  von  $1,7 \mu\text{m}$  erzielte der  $E_{max}$  ein 7 x feineres Ergebnis als die Planeten-Kugelmühle ( $12,6 \mu\text{m}$ ).

**Titandioxid:  
5 x feiner**

### Vermahlung von Titandioxid im $E_{max}$ und in einer Vergleichs-Kugelmühle

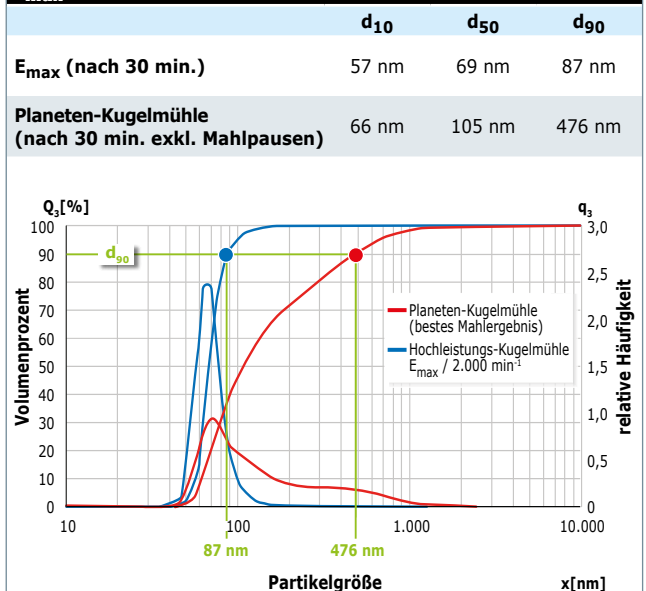


Abb 4: Der  $E_{max}$  vermahlt die Probe nicht nur schneller und feiner, sondern produziert auch eine deutlich engere Partikelgrößenverteilung.

**Graphit:  
8 x schneller  
7 x feiner**

### Vergleich Mahldauer und Feinheit im $E_{max}$ und in einer Vergleichs-Kugelmühle

| Mahldauer $E_{max}$                    | 1 h                | 2 h                | 4 h                | 8 h                |
|--|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| Feinheit                               | 13,0 $\mu\text{m}$ | 8,2 $\mu\text{m}$  | 5,5 $\mu\text{m}$  | 1,7 $\mu\text{m}$  |
| Planeten-Kugelmühle (exkl. Mahlpausen) | 1 h                | 2 h                | 4 h                | 8 h                |
| Feinheit                               | 25,0 $\mu\text{m}$ | 20,3 $\mu\text{m}$ | 16,2 $\mu\text{m}$ | 12,6 $\mu\text{m}$ |

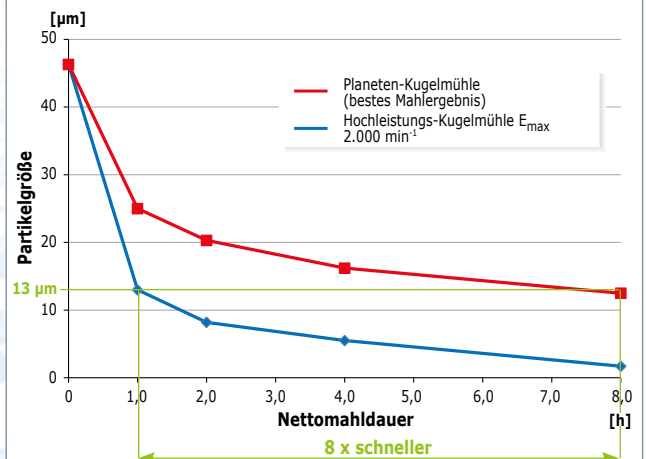


Abb 5: Leistungsvergleich bei der Vermahlung von Graphit. Der wassergekühlte  $E_{max}$  ist der Planeten-Kugelmühle ohne Kühlsystem sowohl in der Schnelligkeit als auch in der erzielten Feinheit deutlich überlegen.

## HOEFFIZIENTES KÜHLSYSTEM

Die Mahlbecher werden im  $E_{max}$  durch ein **internes Wasserkühlsystem** gekühlt. Zur weiteren Temperaturreduktion kann die Mühle an einen Umlaufkühler (Chiller) oder an die Wasserleitung angeschlossen werden. Abb. 6 zeigt den Kühlkreislauf im  $E_{max}$ . Die Kühlung der Mahlbecher erfolgt über die Becherhalterung. **Da mit Wasser die Wärme besser abgeführt werden kann als mit Luft, ist diese Kühlung sehr effektiv.** Die Software des  $E_{max}$  erlaubt es dem Anwender, die Vermahlung in einem bestimmten Temperaturbereich durchzuführen, d. h. er kann eine Minimal- und eine Maximaltemperatur definieren. Bei Überschreitung der maximalen Temperatur

unterbricht die Mühle automatisch den Mahlvorgang und setzt diesen erst bei Erreichen der Minimaltemperatur fort.

Gerade für temperaturempfindliche Proben oder Proben, die wie in Abb. 7 in Isopropanol vermahlen wurden, kann die Kühlung von entscheidendem Vorteil sein. Isopropanol verdampft bei  $82^\circ\text{C}$ , so dass der Druck im Becher stark ansteigt. Bleibt die Temperatur unter diesem Wert, werden der Druck im Mahlbecher und die Belastung der Dichtungen reduziert. Außerdem kann der Mahlbecher nach dem Mahlprozess schneller wieder geöffnet werden.

**Kühlkreislauf im  $E_{max}$**

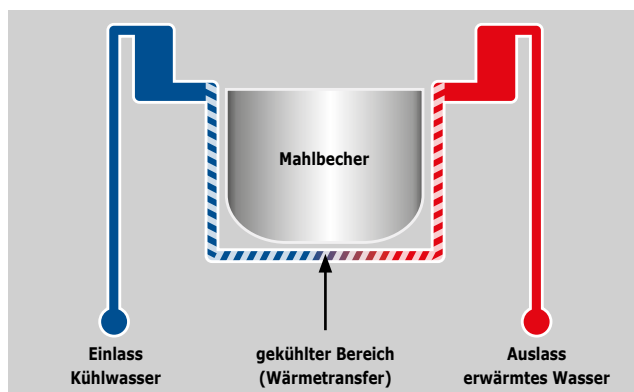


Abb. 6: Die Kühlung erfolgt im  $E_{max}$  über die Becherhalterung.

**Nassvermahlung von Graphit im  $E_{max}$**

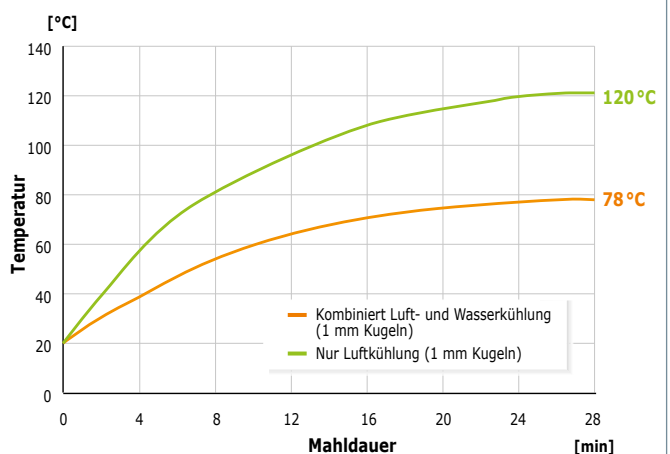


Abb. 7: Bei der Vermahlung von Graphit in Isopropanol (50 ml Becher 1 mm Kugeln, 5 g Probe) ließ sich dank der Wasserkühlung die Erwärmung des Mahlbechers auf  $78^\circ\text{C}$  begrenzen. Ohne Kühlung waren es  $120^\circ\text{C}$ .

## MAXIMALE SICHERHEIT

Bei der Entwicklung des  $E_{max}$  wurde besonderes Augenmerk auf maximale Betriebssicherheit für den Anwender gelegt. Die Position des Bechers wird automatisch überwacht; ist diese nicht korrekt, kann die Maschine nicht gestartet werden. Für den Betrieb des  $E_{max}$  ist **kein Gegengewicht**

**erforderlich.** Mögliche Unwuchten werden kontinuierlich kontrolliert, bei zu starken Abweichungen hält die Mühle automatisch an. Dabei wird die verbleibende Mahldauer angezeigt und der Mahlprozess kann nach Beheben einer möglichen Störung fortgesetzt werden.

## Fazit

**Der  $E_{max}$  eröffnet eine neue Dimension in der Hochleistungsvermahlung.** Die einzigartige Kombination aus Reibung und Prall sowie die revolutionäre Drehzahl von  $2.000\text{ min}^{-1}$  ermöglichen die Produktion extrem feiner Partikel in kürzester Zeit. Dank der einzigartigen Wasserkühlung steht im  $E_{max}$  deutlich mehr Zerkleinerungsenergie zur Verfügung, als in konventionellen Kugelmühlen, ohne dass das System überhitzt. Außerdem ermöglicht die Wasserkühlung eine signifikante Reduzierung der Mahldauer im Vergleich zu Kugelmühlen ohne Kühlsystem, welche entsprechende Mahlpausen benötigen. Die angeführten Beispiele zeigen eindrucksvoll, dass der  $E_{max}$  die angestrebten Endfeinheiten in einem Bruchteil der Zeit erreicht, die die Vergleichsmühle benötigt.

## DIE KLASSIKER FÜR FEINSTVERMAHLUNGEN

# PLANETEN-KUGELMÜHLEN

Überall dort, wo hohe Anforderungen an Schnelligkeit, Feinheit, Reinheit und Reproduzierbarkeit gestellt werden, kommen RETSCH Planeten-Kugelmühlen zum Einsatz. Sie mischen und zerkleinern weiche, mittel-harte bis extrem harte, spröde und faserige Materialien und erzielen mühelos Endfeinheiten bis in den unteren Mikrometerbereich. Bei Nassvermahlungen sind sogar Feinheiten im Nanometerbereich möglich. Neben den klassischen Zerkleinerungsaufgaben erfüllen die Mühlen auch alle verfahrenstechnischen Anforderungen für eine Kolloidvermahlung und verfügen über den erforderlichen Energieeintrag für das mechanische Legieren.

### HIGHLIGHTS

- Kraftvolle, schnelle Zerkleinerung bis in den Submikron-Bereich
- Reproduzierbare Ergebnisse durch Energie- und Drehzahl-Regelung
- Für Langzeitversuche und Dauereinsatz geeignet
- Trocken- und Nassvermahlungen möglich
- Mahlbecherprogramm in 6 Werkstoffen und 7 Größen

### MODELLAUSWAHL & UMFANGREICHES ZUBEHÖR

RETSCH bietet eine ganze Familie von Planeten-Kugelmühlen an. **Die PM 100, PM 100 CM und PM 200 sind Tischgeräte, die über eine bzw. zwei Mahlstellen verfügen.** Die PM 100 CM arbeitet im Fliehkraftmodus, d.h. das Drehzahlverhältnis von Sonnenrad zu Mahlbecher liegt bei 1:-1. Dies ermöglicht eine schonendere Zerkleinerung mit geringerem Abrieb. **Bei der PM 400 handelt es sich um ein Standgerät mit zwei oder vier Mahlstellen,** in dem durch Stapeln von je zwei Bechern bis zu acht Proben gleichzeitig vermahlen werden können. Um einen besonders hohen Energieeintrag für das mechanische Legieren zu erreichen, ist die PM 400 in der Ausführung „MA“ auch mit Drehzahlverhältnissen von 1:-2,5 bzw. 1:-3 lieferbar.

ermöglicht das gasdichte Handling in und außerhalb der Glovebox und gewährleistet den sicheren Transport des Mahlbeckers.

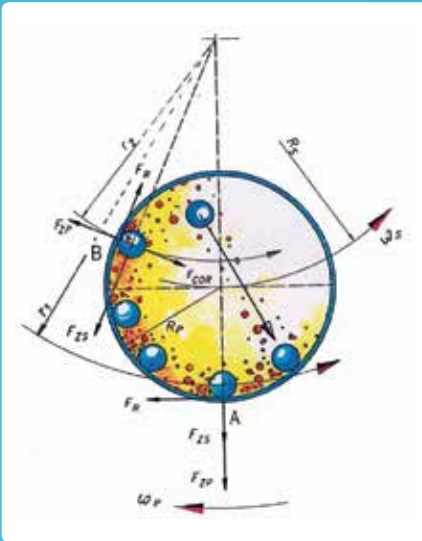
Für Vermahlungen unter inerten Bedingungen sind **Begasungsdeckel** erhältlich, welche die Einleitung z.B. von Argon oder Stickstoff in den Innenraum des Mahlbeckers erlauben.

Das **Mahlbecher-Programm „comfort“** wurde speziell für extreme Versuchsbedingungen wie Langzeitversuche, Nassvermahlungen, hohe mechanische Belastung und maximale Drehzahlen sowie zum mechanischen Legieren entwickelt. Eine **breite Auswahl an Werkstoffen und Größen (12 ml – 500 ml)**, auch bei den Mahlkugeln, ermöglicht eine weitestgehend analysenneutrale und an die Applikation angepasste Aufbereitung. Alle „comfort“ Mahlbecher sind dank eines O-Rings gas- und staubdicht.

Für Kolloidvermahlungen empfiehlt sich der Einsatz eines Mahlbeckers mit spezieller Verschlussvorrichtung. Diese



DAS „PLANETARISCHE“ PRINZIP



Bei der Planeten-Kugelmühle stellt jeder Mahlbecher einen „Planet“ dar. Dieser befindet sich auf einer runden Plattform, dem so genannten Sonnenrad. Dreht sich das Sonnenrad, rotiert jeder Mahlbecher um seine eigene Achse, aber in die entgegengesetzte Richtung. So werden Zentrifugal- und Corioliskräfte wirksam, die zu einer großen Beschleunigung der Mahlkugeln führen (Abb. 1).

**Dadurch wird die Zerkleinerungsenergie sehr groß, was die Herstellung feinsten Partikel ermöglicht.** Die enorme Beschleunigung der Mahl-

kugeln von einer Becherwand zur anderen erzeugt eine starke Prallwirkung auf das Probengut und bewirkt zusätzliche Zerkleinerungseffekte durch Reibung. Für Kolloidvermahlungen und die meisten anderen Anwendungen ist das Übersetzungsverhältnis zwischen Drehzahl des Sonnenrades und Drehzahl der Mahlbecher 1:2. Für Anwendungen, bei denen ein höherer Energieeintrag erzielt werden muss, können Planetenmühlen mit anderen Übersetzungsverhältnissen sowie Hochleistungs-Kugelmühlen wie der E<sub>max</sub> eingesetzt werden.

Abb. 1: In der Planeten-Kugelmühle ermöglichen Zentrifugal- und Corioliskräfte die Nanovermahlung.

FEINHEITEN BIS IN DEN NANOMETERBEREICH

Abb. 2 zeigt das Ergebnis einer Vermahlung von Aluminiumoxid (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) bei 650 min<sup>-1</sup> in der PM 100. Nach 1 h Zerkleinerung mit 1 mm Kugeln in Wasser liegt der Mittelwert der Partikelgrößenverteilung bei 200 nm, nach 4 h bei 100 nm. In

einem weiteren Test wurde das Material zunächst 1 h mit 1 mm Kugeln und anschließend 3 h mit 0,1 mm Kugeln vermahlen (Abb. 3). Dabei wurde ein Mittelwert von 76 nm erreicht. Die Mahlergebnisse zeigen, dass Planeten-Kugelmühlen

Partikelgrößen im Nanometer-Bereich produzieren können. Dabei spielt für den Erfolg der Nanovermahlung die Wahl der Kugelgröße eine entscheidende Rolle.

Kolloidvermahlung von Aluminiumoxid in der PM 100

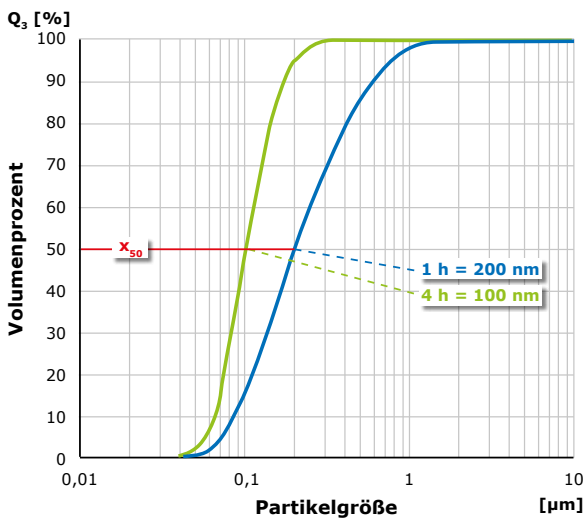


Abb. 2: Vermahlung mit 1 mm Kugeln in Wasser (links) nach 1 h (blau) und nach 4 h (grün).

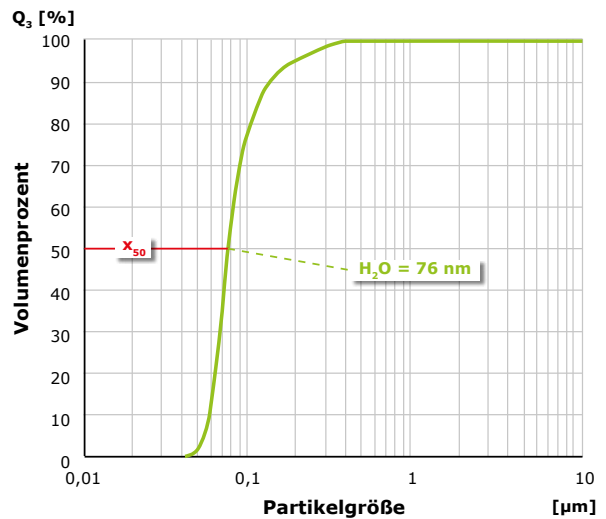


Abb. 3: Vermahlung mit 1 mm Kugeln (1 h) und nachfolgend mit 0,1 mm Kugeln (3 h) in Wasser.

Fazit

Planeten-Kugelmühlen sind optimal geeignet für klassische Misch- und Zerkleinerungsprozesse, bei denen ein hoher Energieeintrag erforderlich ist. Es können Trocken- und Nassvermahlungen durchgeführt werden, bei letzteren lassen sich, abhängig vom Probenmaterial, sogar Endfeinheiten bis in den Nanometerbereich erzielen. RETSCH bietet verschiedene Modelle sowie umfangreiches Zubehör an, was die PM-Familie universell einsetzbar macht.

# MECHANISCHES LEGIEREN



Hochleistungs-Kugelmühle  
Emax



Planeten-Kugelmühle  
PM 400

Legierungen wie zum Beispiel Amalgam in der Zahnmedizin oder rostfreier Stahl kennt und nutzt jeder. Bei der Herstellung von Legierungen auf klassischem Weg werden die Legierungspartner bei sehr hohen Temperaturen miteinander verschmolzen. Sind nur kleine Mengen erforderlich oder können die Legierungen nicht durch Einschmelzen erzeugt werden, bietet sich das mechanische Legieren als Alternative an. Hierfür werden Kugelmühlen eingesetzt, welche durch Prall- und Reibungseffekte hohe Energieeinträge liefern. Die mechanische Prallwirkung wird aber auch in der Mechanochemie ausgenutzt, um z. B. chemische Reaktionen unter lösemittelfreien Bedingungen ablaufen zu lassen.

## WAS PASSIERT BEIM LEGIEREN?

Menschen erzeugten die erste Legierung (Bronze) schon 3300 v. Chr.. Heute gibt es eine Vielzahl unterschiedlichster Legierungen, welche sich durch verbesserte Materialeigenschaften auszeichnen. Manche Ausgangsstoffe mischen sich in geschmolzenem Zustand und bleiben auch nach der Schmelze ineinander gelöst, da sich Mischkristalle bilden. Neue Eigenschaften, wie z. B. die verbesserte Härte der Legierung, sind darauf zurückzuführen, dass sich einige Atome des Legierungselements während des Schmelzprozesses in das Kristallgitter des Basiselements einfügen. Durch die verschiedenen Atomdurchmesser kommt es zu einer Verzerrung des Gitters in den Mischkristallen, die Gleitebenen werden gestört und das Metall wird härter, aber auch spröder.

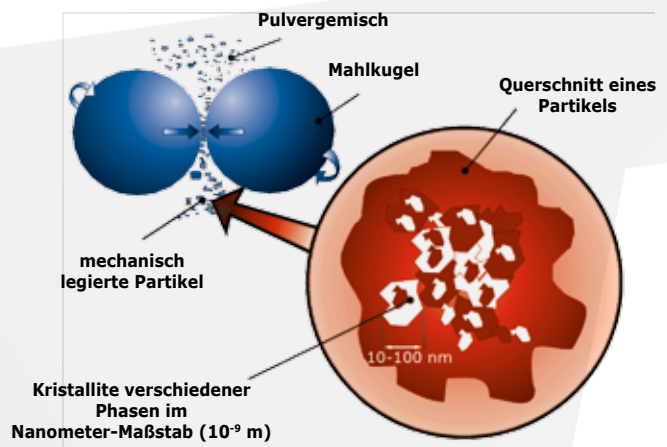


Abb. 1: Prinzip des mechanischen Legierens

## MECHANISCHES LEGIEREN IN KUGELMÜHLEN

Was aber, wenn sich Komponenten nicht durch Einschmelzen miteinander legieren lassen? Wenn beispielsweise die Schmelztemperaturen so unterschiedlich sind, dass die eine Komponente längst verdampft ist, wenn die andere schmilzt? In den späten 60er Jahren wurden erstmals Nickel/Eisen Legierungen für extrem temperaturbeständige Werkstoffe durch mechanisches Legieren erzeugt. Bei dieser Art des Legierens werden die Komponenten als pulverförmige Feststoffe durch intensive, kinetische Prozesse miteinander

verbunden (Abb. 1). **Die Planeten-Kugelmühlen und die Hochleistungs-Kugelmühle E<sub>max</sub> liefern die dafür nötigen Energieeinträge durch starke Prallwirkung.** Beim mechanischen Legieren werden die feinen Partikel zwischen den Kugeln plastisch verformt und miteinander verschweißt. Die Planeten-Kugelmühle PM 400 MA erzeugt durch das Übersetzungsverhältnis von 1:-3 besonders viel Prallenergie und ist somit bestens für das mechanische Legieren geeignet.

Zunächst entstehen auf diese Weise größere Partikel. Erhöhte Defektstrukturen wie Versetzungen, Leerstellen und Verspannungen in den Kristallgittern der einzelnen Partikel führen zu einem Anstieg der Diffusionsrate ihrer Atome und bewirken eine zunehmende Versprödung, die eine Rissbildung und ein nachfolgendes Zerschneiden der Partikel begünstigt. Die Diffusion wird durch eine erhöhte Temperatur unterstützt, die durch Reibungseffekte im Mahlbecher entsteht. In einer Modellberechnung

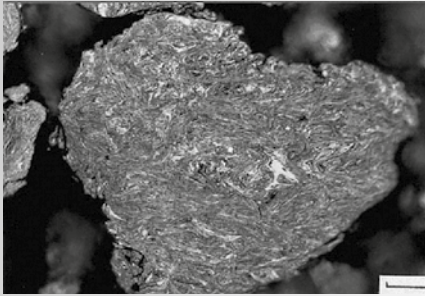


Abb. 2: Lichtmikroskopisches Schliffbild eines 5 h mechanisch legierten Eisen-Tantal-Kupfer-Pulverpartikels (FeTaCu)

konnte gezeigt werden, dass in einer Planeten-Kugelmühle lokale Temperaturspitzen von 700 – 1800 K und Druckspitzen von mehreren tausend Atmosphären auftreten<sup>[1]</sup>. Der Prozess des Verschweißens und Zerschneidens erfolgt kontinuierlich, bis nach einigen Minuten oder auch mehreren Stunden eine vollkommene Homogenisierung erreicht ist. Es bilden sich winzige kristalline Bereiche eng benachbarter Ausgangskomponenten in den Pulverteilchen, die man als „Nanokristallite“ bezeichnet (Abb. 2 und 3).

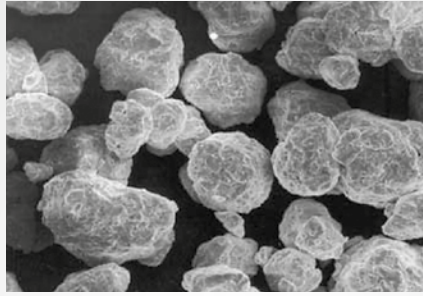
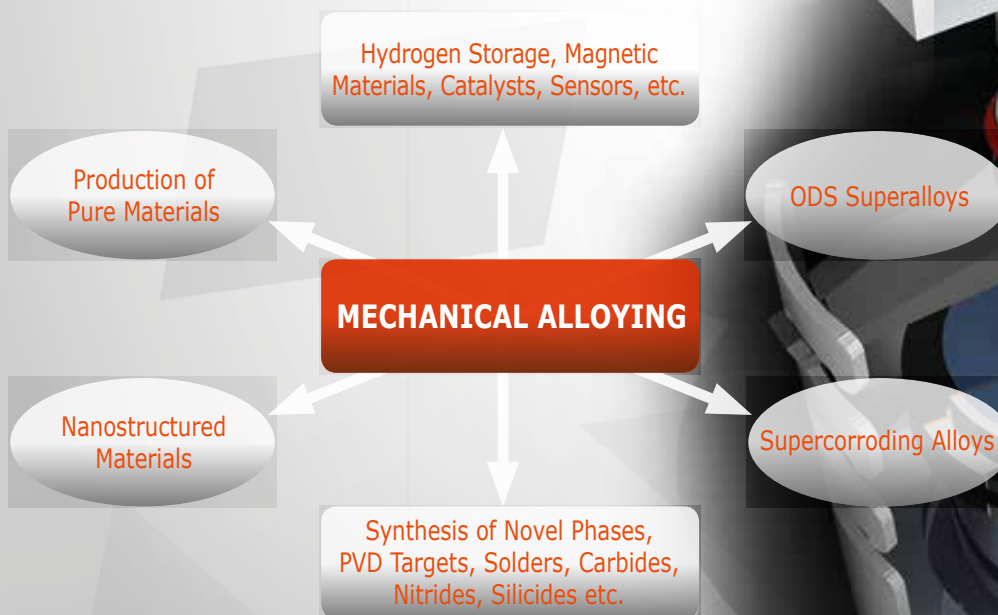


Abb. 3: Rasterelektronenmikroskopisches Bild (REM) einer 20 h mechanisch legierten FeTaCu-Pulvers (Draufsicht)

So lassen sich auch Legierungen erzeugen, die aus verschiedenen Gründen über den klassischen schmelzmetallurgischen Weg nicht möglich sind. Dabei können beliebige Mischverhältnisse eingesetzt werden. Die Planeten-Kugelmühlen von RETSCH verfügen über den nötigen Energieeintrag für das mechanische Legieren. Zur Reaktion unter

Schutzatmosphäre können die „comfort“ Mahlbecher der PM-Serie mit entsprechenden Sicherheitsverschlüssen und speziellen Begasungsdeckeln ausgerüstet werden, die auch Arbeiten unter inerten Bedingungen erlauben. Die Hochleistungs-Kugelmühle E<sub>max</sub> bietet ebenfalls alle Voraussetzungen für das mechanische Legieren.

<sup>[1]</sup>Urakav FK (2000), Powder Technology 200, 107, 93



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

## MECHANOCHEMIE

Die mechanischen Effekte, die in der Planeten-Kugelmühle erzielt werden, lassen sich auch sehr gut in der sogenannten Mechanochemie (auch "grüne Chemie" genannt) nutzen. **Die mechanische Prallwirkung liefert die für die chemischen Reaktionen nötige Aktivierungsenergie.** So können komplexe chemische Reaktionen, die sonst oftmals nur mit Einsatz diverser Lösemittel ablaufen können, umweltschonend ohne Lösemittel durchgeführt werden. Die Reaktionstypen sind sehr unterschiedlich, von oxidativen Halogenierungen oder Diels-Alder Reaktionen bis zu Enaminbildungen, Synthesen von Glykosiden oder gar einfachen regio-selektiven Reaktionen. Die Mechanochemie kann z.B. zur Dehalogenierung von Abfällen genutzt werden (Dehalogenierung durch mechanochemische Reaktion = DMCR), was durch konventionelle Verfahren nur schwer gelingen würde.

# KOLLOIDVERMAHLUNG

## ZUR ERZEUGUNG VON NANOPARTIKELN

So genannte Kolloid- oder auch Nanovermahlungen werden in der Regel als Nassvermahlung durchgeführt. Um kleine Partikel durch mechanische Kräfte noch weiter zu zerkleinern, bedarf es eines hohen Energieeintrags wie er in den Planeten-Kugelmühlen oder dem  $E_{max}$  von RETSCH erzeugt wird. Wichtig für eine erfolgreiche Nanovermahlung sind außerdem die Wahl einer geeigneten Mahlgarnitur und die optimale Kugelfüllung.

### VORZERKLEINERUNG

Je nach Größe des Ausgangsmaterials und der gewünschten Endfeinheit empfiehlt sich eine Vorzerkleinerung der Probe. Bei Trockenvermahlungen mit Mahlkugeln  $\varnothing > 3$  mm werden die Mahlbecher üblicherweise zu je einem Drittel mit Mahlkugeln und Probe befüllt. Das zerkleinerte Probenmaterial wird dann zur eigentlichen Kolloidvermahlung verwendet.

### TIPPS FÜR DIE KOLLOIDVERMAHLUNG

Mit den Planeten-Kugelmühlen und dem neuen  $E_{max}$  bietet RETSCH zwei Arten von Kugelmühlen an, die über die erforderliche Zerkleinerungsenergie für Kolloidvermahlungen bis in den Nanometerbereich verfügen.

Für diese Anwendung kommen bevorzugt Mahlbecher und Mahlkugeln aus einem abriebfesten Material wie Zirkonoxid zum Einsatz. **60 % des Mahlbechervolumens werden mit Mahlkugeln mit einem Durchmesser von 0,1 – 3 mm befüllt**, was eine hohe Anzahl von Reibungspunkten gewährleistet. Die eigentliche Probe macht ungefähr ein Drittel des Bechervolumens aus. Mit Zugabe eines geeigneten Dispergens (z. B. Wasser, Isopropanol, Puffer) sollte eine **zähflüssige Konsistenz** erreicht werden. Dann sind optimale Bedingungen für eine Kolloidvermahlung gegeben.

### KONSISTENZ

Neigen Proben während der Nassvermahlung zum Quellen, sollte die Konsistenz des Probe-Mahlkugel Gemisches während des Mahlprozesses kontrolliert werden. Bei Bedarf lässt sich das Gemisch durch Zugabe von Dispergiermedium wei-

### ENTNAHME DES MAHLBECHERS

Vorsicht ist bei der Entnahme der Mahlbecher nach erfolgter Vermahlung geboten, denn durch die entstehende Reibungsenergie wird so viel Wärme erzeugt, dass die Mahlbecher der Planeten-Kugelmühlen Temperaturen von über 150 °C erreichen können. Außerdem wird Druck im Inneren des Mahlbechers aufgebaut. Daher empfiehlt es sich, einen **speziellen Sicherheitsverschluss** für den "comfort" Mahlbecher zu verwenden, der die sichere Entnahme aus der



Mahlbecher „comfort“ für PM-Serie mit Sicherheitsverschluss, Begasungsdeckel

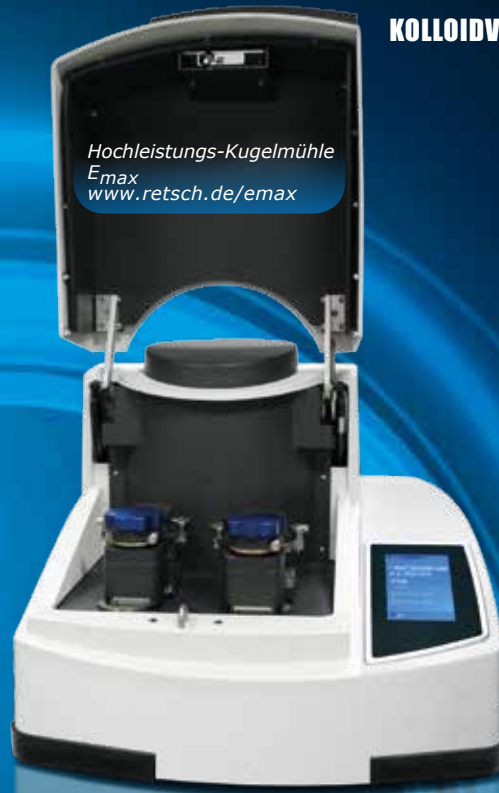
Bei einer sehr hohen angestrebten Endfeinheit kann es sinnvoll sein eine zweite Kolloidvermahlung mit  $\varnothing 0,1 - 0,5$  mm Kugeln anzuschließen, besonders wenn in der ersten Kolloidvermahlung  $\varnothing 2 - 3$  mm Kugeln eingesetzt wurden (Kugel muss 3 x größer sein als das Ausgangsmaterial). Um diese vom Probenmaterial zu trennen, wird die Proben-Kugel-Mischung auf ein geeignetes Sieb (Maschenweite 20 – 50 % kleiner als die Kugeln) mit Auffangboden gegeben. Für die anschließende Kolloidvermahlung wird der Mahlbecher wiederum zu 60 % mit den kleineren Mahlkugeln befüllt. Die Suspension aus der Vorzerkleinerung wird vorsichtig unter die Mahlkugeln gemischt, bis eine zähflüssige Konsistenz erreicht ist.

ter verdünnen. Ist bekannt, dass die Probe sehr stark zum Quellen neigt, sollte sie vor der Vermahlung dünnflüssiger angesetzt werden, z. B. die Hälfte der üblichen Probenmenge mit dem gleichen Volumen des Dispergiermediums.

Mühle erlaubt. Anschließend sollte man den Mahlbecher abkühlen lassen. Die Mahlbecher des  $E_{max}$  verfügen bereits über einen integrierten Sicherheitsverschluss. Außerdem erhitzen die Becher aufgrund der effektiven Wasserkühlung nicht so stark wie in einer konventionellen Kugelmühle. Sowohl für die PM-Serie als auch für den  $E_{max}$  bietet RETSCH zudem spezielle Begasungsdeckel an, die das Arbeiten unter Schutzgas erlauben.



Planten-Kugelmühle  
PM 100  
[www.retsch.de/pm100](http://www.retsch.de/pm100)



Hochleistungs-Kugelmühle  
 $E_{max}$   
[www.retsch.de/emax](http://www.retsch.de/emax)

**Auswahl Mahlwerkzeug:**  
Größe und Material Mahlbecher und Mahlkugeln, Kugeln 3 x größer als größtes Probenkorn

**Mahlbecherbefüllung:**  
60% Mahlkugeln, 30% Probe, Zugabe Dispergiermedium bis zähflüssige Konsistenz erreicht ist

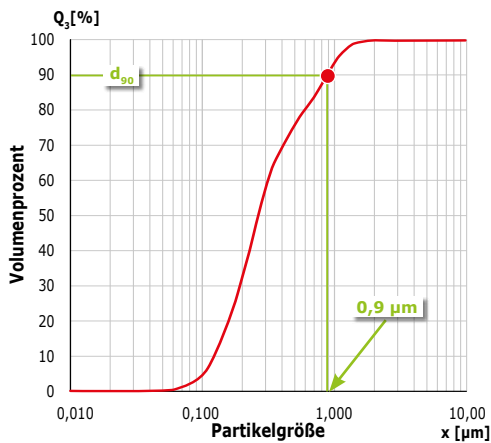
**Dispergiermedien:**  
z. B. Isopropanol, Ethanol, Testbenzin, Natriumphosphat, Diaminopimelinsäure

**Mahlprozess**

**Partikelgrößenbestimmung**

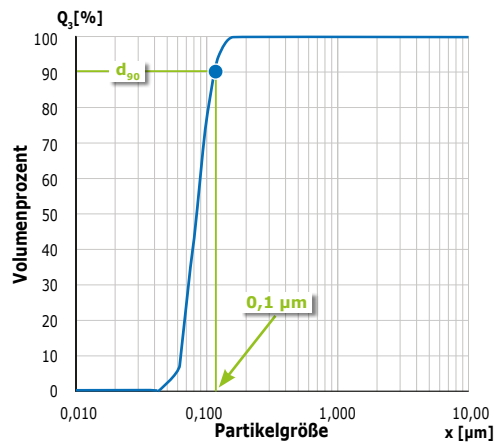
**Abkühlphase:**  
Mahlbecher erst öffnen, wenn dieser Raumtemperatur erreicht hat

**Vermahlung von Felsgestein (granitähnlich) in der PM 100**



Ein 50 ml Mahlbecher aus Zirkonoxid wurde mit 30 ml Zirkonkugeln Ø 2 mm befüllt. 21 g (entspricht mit ca. 17 ml einem Drittel des Mahlbechervolumens) Probenmaterial wurden hinzugefügt und alles mit 15 ml Wasser vermischt, so dass sich eine zähflüssige Konsistenz ergab. Nach 2 Stunden Vermahlung bei 550 min<sup>-1</sup> in der PM 100 lag der d<sub>90</sub> bei 0,9 μm.

**Vermahlung von Aluminiumoxid im E<sub>max</sub>**



Eine 20 Gew% Suspension von Aluminiumoxid in 0,5% Natriumphosphat wurde im E<sub>max</sub> feinvermahlen. Das Ausgangsmaterial wies eine Feinheit von 1,2 μm (d<sub>90</sub>) auf. 30 g der Suspension wurden in einem 50 ml Mahlbecher mit 110 g 0,1 mm Mahlkugeln vermengt und bei 2.000 min<sup>-1</sup> für 30 min vermahlen. Der erzielte d<sub>90</sub>-Wert lag bei 0,11 μm.

# SCHWINGMÜHLE MM 400

ALLROUNDER FÜR KLEINE MENGEN

Mahlen –  
Mischen –  
Aufschließen

## HIGHLIGHTS

- Reproduzierbares und effizientes Zerkleinern, Mischen und Homogenisieren in Sekunden
- Kraftvolle Vermahlung mit max. 30 Hz von bis zu 20 Proben gleichzeitig
- Verschraubbare Mahlbecher ermöglichen Nass- und Kryogenvermahlung
- 9 SOPs speicherbar
- Mahlbechergrößen von 1,5 ml – 50 ml, Adapter für Einweggefäße
- KryoKit zur Kühlung von Mahlbechern bei  $-196^{\circ}\text{C}$

Ganz gleich ob Knochensubstanz, Gewebeproben, Haare, Tabletten, Holz, Kunststoffe, Mineralien oder Chemikalien – die Schwingmühle MM 400 sowie das Einsteigermodell MM 200 sind bewährte Allrounder für das Zerkleinern, Mischen und Homogenisieren geringer Probenmengen. Sie erzielen Endfeinheiten von bis zu  $5\ \mu\text{m}$  und verarbeiten sowohl harte, mittelharte, spröde als auch weiche, elastische oder faserige Proben schnell und zuverlässig.

Schwingmühle MM 400  
[www.retsch.de/mm](http://www.retsch.de/mm)

## AUFBEREITUNG PFLANZLICHER MATERIALIEN

Pflanzen werden vielfältig genutzt, z. B. als Lebensmittel, in der Papierherstellung oder zur Gewinnung von sekundären Brennstoffen. Durch ihre holzigen Bestandteile (wie z. B. Lignin) sind Pflanzen oft faserig. Gerade Lignin ist eine sehr stabile Substanz, die u. a. im Tierfutter oder bei der Herstellung von Bioethanol Probleme verursachen kann. Um hier gezielt Verbesserungen vornehmen zu können, müssen Forscher genau verstehen, wie Lignin in Pflanzen produziert wird. Mit wachsendem Ver-

ständnis der Produktionswege pflanzlicher Stoffe kann über gezielte biotechnologische Manipulation der Gehalt oder die Struktur des Lignins verändert werden. Pflanzen mit veränderten Ligninstrukturen weisen eventuell bessere Verdaubarkeit bei der Rindermast auf; oder die Bleichung dieser Pflanzen in der Papierherstellung ist leichter und somit umweltschonender. In der Forschung stehen häufig nur geringe Mengen an pflanzlichem Material zur Analyse zur Verfügung. Die MM 400 ist die

ideale Mühle, um geringe Probenmengen aufzubereiten. Sechs Stück der Pflanze Acker-Schmalwand (*Arabidopsis thaliana*) wurden in der MM 400 auf eine Endfeinheit von 100 µm vermahlen, um anschließend analysiert zu werden. Schon nach kurzer Mahldauer war die Probe homogen, d. h. es konnten keine größeren Bestandteile oder Fasern mehr gefunden werden, die ggf. die spätere Analyse stören würden.



*Arabidopsis thaliana* 6 Pflanzen (ca. 2 g)



nach manueller Vorzerkleinerung



nach Feinzerkleinerung in MM 400

Mahlbecher 50 ml rostfreier Stahl,  
Mahlkugel 1 x 25 mm rostfreier Stahl,  
30 Hz, 2 Minuten



### TECHNIK SCHWINGMÜHLE

Die Mahlbecher schwingen in einer horizontalen Bogenbewegung. Die Trägheit der Mahlkugeln im schwingenden Becher sorgt für eine kraftvolle Prallbewegung der Kugeln auf die abgerundeten Becherenden. **Die Probe wird in Sekunden bis Minuten pulverisiert und sehr gut gemischt.** Werden viele kleine Kugeln eingesetzt, verstärkt das den Reibungseffekt, so dass selbst biologische Zellen aufgerieben werden.

### FLEXIBLER EINSATZ DANK UMFANGREICHEM ZUBEHÖR

**Verschiedene Mahlbechergrößen und Materialien** machen die Schwingmühlen sehr vielseitig einsetzbar. Gefäße aus rostfreiem Stahl reichen von 1,5 – 25 ml (MM 200) bzw. 50 ml (MM 400). Für Anwendungen, bei denen analysenneutrales Arbeiten im Vordergrund steht, kommen Materialien wie Wolframcarbid, Zirkonoxid, Achat oder PTFE zum Einsatz.

Die Mahlbecher für die MM 400 erlauben durch ihre Dichtungen und verschraubbaren Deckel einen **Einsatz unter kryogenen Bedingungen.** Hierfür bietet RETSCH das KryoKit an, in dem Becher bei -196°C in flüssigem Stickstoff gekühlt und die Probe innerlich des Bechers versprödet werden kann. Die Schwingmühlen werden häufig für den **Zell- und**

**Gewebeaufschluss zur DNA/RNA Extraktion** eingesetzt. Für diese Anwendung stehen Adaptorracks zur Verfügung, die mit bis zu 20 Reaktionsgefäßen bestückt werden können. Die Mahlparameter wie Frequenz und Mahldauer lassen sich komfortabel über das Display einstellen. Bis zu 9 SOPs sind speicherbar, um Routinevermahlungen zu erleichtern.

### Fazit

Die Schwingmühlen MM 400 und MM 200 von RETSCH sind vielseitige, kompakte Tischgeräte, die speziell für die Vermahlung kleiner Probenmengen entwickelt wurden. Sie mischen und homogenisieren Pulver und Suspensionen in Sekundenschnelle und sind zudem hervorragend für den Zellaufschluss geeignet.

# CRYOMILL

## EISKALT ZERKLEINERN

Für zähe und elastische Materialien sowie für Proben mit leicht flüchtigen Inhaltsstoffen ist die kryogene Vermahlung die einzige Möglichkeit, die für viele Analysen erforderlichen Feinheiten zu erreichen. Durch die starke Kühlung mit Flüssigstickstoff auf  $-196^{\circ}\text{C}$  werden diese Materialien versprödet, was die Bruchigenschaften verbessert und Endfeinheiten bis  $5\ \mu\text{m}$  ermöglicht. Flüchtige Substanzen verbleiben in der Probe und können quantitativ nachgewiesen werden, außerdem werden thermisch bedingte Zersetzungen unterbunden.

### HIGHLIGHTS

- Erhöhte Frequenz von 30 Hz sorgt für hohen Energieeintrag und Endfeinheiten bis  $5\ \mu\text{m}$
- Integriertes Kühlsystem bietet hohe Betriebssicherheit
- Autofill-System gewährleistet geringen Stickstoffverbrauch
- 9 SOPs speicherbar
- Vermahlung auch bei Raumtemperatur möglich

schnell –  
sicher –  
kryogen



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

## SICHER UND FLEXIBEL



Ein besonderer Vorteil der CryoMill ist die hohe Betriebssicherheit, **da der Anwender zu keinem Zeitpunkt in Kontakt mit dem flüssigen Stickstoff kommt.** Die Stickstoff-Zufuhr aus dem integrierten Autofill-System ist durch einen Temperatursensor gesteuert, so dass LN<sub>2</sub> immer genau in der Menge nachdosiert wird, die zur Temperaturkonstanz bei -196 °C nötig

ist. Die automatische Kühlung garantiert, dass mit der Vermahlung erst dann begonnen wird, wenn die Probe vollständig durchgekühlt ist – das **reduziert den Verbrauch und garantiert reproduzierbare Mahlergebnisse.** Mit einer Schwingfrequenz von 30 Hz zerkleinert die Mühle eine Vielzahl von Materialien sehr effektiv innerhalb weniger Minuten. Der dominierende Zerkleinerungsmechanismus ist die Prallbeanspruchung, daneben findet aber auch Reibung statt, so dass **deutlich höhere Endfeinheiten** erreicht werden als mit Vergleichsmühlen für kryogenes Vermahlen. Bei sehr hohen Energieeinträgen kann die Vermahlung definiert unterbrochen werden, um Reibungswärme aus dem Mahlbecher abzuführen. Die Mühle erlaubt auch den Betrieb ohne Stickstoff-Kühlung.



Dank des umfangreichen Zubehörs, ist das Einsatzgebiet der CryoMill sehr vielfältig. Zur Stickstoff-Versorgung bietet RETSCH einen **50 Liter LN<sub>2</sub>-Tank mit Sicherheitsventil** an. Die Mahlbecher in Größen von 5 bis 50 ml sind fest verschraubbar, so dass kein Probenmaterial austreten kann. Für analysenneutrales

Arbeiten sind zudem 25 ml Mahlbecher aus Zirkonoxid oder PTFE erhältlich. Das Angebot wird durch verschiedene Kugelgrößen und –materialien sowie durch **Adapter zur Nutzung von bis zu 6 x 2 ml Reaktionsgefäßen** abgerundet.

Zur bestmöglichen Anpassung an die verschiedenen Proben sind Vorkühlung, Mahldauer sowie Intervalle frei programmierbar. Während der Vorkühlphase wird der Mahlbecher bei 5 Hz bewegt, so dass die Mahlkugel permanent in Bewegung bleibt und auch in feuchten Proben nicht fest friert. Durch Speicherung von bis zu Mahlprogrammen (SOP) werden Routinevermahlungen vereinfacht. Über Leuchtdioden auf dem Display kann jederzeit kontrolliert werden, welcher Schritt aktuell bearbeitet wird.

## Fazit

Die CryoMill von RETSCH hat sich als perfektes Gerät für die Vermahlung von temperatursensitiven Materialien mit Glasübergangstemperatur unter Raumtemperatur bewährt. Die Endfeinheiten sind signifikant höher als bei vergleichbaren Mühlen. Auch für Materialien mit leichtflüchtigen Bestandteilen ist die CryoMill das ideale Gerät für die Probenvorbereitung.

## Schonende Vermahlung von PET



PET Flaschen sind als leichte und stabile Getränkeverpackung beliebt und weit verbreitet. Mineralwasser und andere Getränke in PET Flaschen können jedoch Spuren der gesundheitsschädlichen Verbindung Acetaldehyd enthalten. Der Stoff wirkt sich zudem schon in geringen Spuren im Bereich von 10 – 20 ppb negativ auf die Geschmacksqualität aus. Daher führen Verpackungshersteller und Getränkeabfüller aufwändige quantitative Prüfverfahren zur Qualitätssicherung durch. Da Acetaldehyd eine leicht flüchtige Verbindung ist, muss eine thermische Belastung der PET Probe im Vorfeld der Analyse in jedem Fall verhindert werden. **Die Kryogenvermahlung bei -196 °C ist eine ideale Methode zur schonenden, reproduzierbaren Probenvermahlung elastischer Materialien.** Ein wärmebedingter Verlust des Acetaldehydes während des Mahlprozesses wird durch die Kühlung sicher verhindert. Die Kryogenvermahlung eignet sich hervorragend für die Probenvorbereitung im Rahmen chromatographischer Routinekontrollen im zertifizierten Prüflabor.



Die **Vorzerkleinerung** des flexiblen PET Materials erfolgt in einer hierfür geeigneten **Schneidmühle wie der SM 300 von RETSCH.** Diese ermöglicht eine adäquate Vorzerkleinerung auf eine Feinheit von etwa 5 mm ohne thermische Belastung des Materials. Hiervon ausgehend kann in einem zweiten Mahlschritt in der CryoMill problemlos die erforderliche Endfeinheit von weniger als 0,5 mm erreicht werden. Die Mahldauer für eine Probe von 6 g vorzerkleinerten Preform PET Materials beträgt nur 5 Minuten.



PET Preforms nach **Vorzerkleinerung in der SM 300 (Mitte)** – 1.200 min<sup>-1</sup>, 6 mm Sieb, Parallelschnittrotor und nach **Feinzerkleinerung in der CryoMill (rechts)** – Mahlbecher 50 ml rostfreier Stahl, Mahlkugel 1 x 25 mm rostfreier Stahl, 30 Hz, 2 X 2 Minuten mit 1 Minute Zwischenkühlung

## PARTIKELGRÖSSENANALYSE BIS IN DEN

# NANOMETERBEREICH

**Der neue HORIBA LA-960 misst feinste Partikel ab 10 nm schnell und präzise**

In den vorausgegangenen Artikeln wurde die Leistungsfähigkeit der RETSCH Hochleistungs-Kugelmöhlen für die Feinstvermahlung eindrucksvoll unter Beweis gestellt. Sämtliche Größenverteilungen, die in den einzelnen Berichten dargestellt sind, wurden mit dem neuen Lasergranulometer HORIBA LA-960 von RETSCH TECHNOLOGY gemessen. Dieser Partikelanalysator arbeitet nach dem Prinzip der statischen Laserlichtstreuung, welche oft auch Laserbeugung genannt wird.

**Retsch**<sup>®</sup>  
TECHNOLOGY

Solutions in Particle Sizing



Abb. 1:  
Lasergranulometer  
LA-960

Die Anforderungen an ein Messsystem zur Beurteilung von Mahlergebnissen sind sehr hoch: zunächst benötigt man einen breiten Messbereich, denn die Ausgangskörnung liegt oft bei einigen Millimetern, während die Feinheit des Endprodukts im Nanometerbereich liegen kann. Im Verlauf einer Vermahlung können also neben bereits erzeugten Nanopartikeln durchaus noch zu zerkleinernde große Partikel der Ausgangskörnung vorliegen. Um die Vermahlung umfassend zu dokumentieren, werden die Analysen oft in sehr kurzen Zeitintervallen durchgeführt. Dementsprechend sollte das Partikelmessgerät sowohl einen hohen Probendurchsatz als auch kurze Analysenzeiten bieten. Da Feinstvermahlungen in verschiedensten Flüssigkeiten durchgeführt werden, sollte auch das Messgerät für unterschiedliche Dispergiermedien geeignet sein.

## STATISCHE LASERSTREULICHTANALYSE

Diese Anforderungen können am besten mit einem Partikelanalysator erfüllt werden, der nach dem Prinzip der statischen Laserstreulichtanalyse (SLS) arbeitet. Das Messprinzip beruht darauf, dass Partikel, sobald sie mit Laser-

licht wechselwirken, das Licht in charakteristische Winkel mit charakteristischen Intensitäten ablenken. Große Partikel streuen das Licht dabei stärker zu kleinen Winkeln, kleine Partikel lenken das Licht stärker zu größeren Winkeln ab. Zeichnet man das Streulichtmuster einer Probe über einen möglichst großen Winkelbereich auf, so kann daraus nach bestimmten Auswertalgorithmen die Partikelgrößenverteilung berechnet werden. Diese Algorithmen sind in der Gerätesoftware nutzerfreundlich implementiert.

## LASERGRANULOMETER HORIBA LA-960

Das neue Lasergranulometer HORIBA LA-960 ist das Nachfolgemodell und die konsequente Weiterentwicklung des erfolgreichen LA-950. Eine herausragende Eigenschaft des LA-960 liegt in der hohen Flexibilität. Dies gilt sowohl für den Messbereich als auch für die Probenzufuhr.

Da Feinstvermahlungen i. d. R. in Flüssigkeiten durchgeführt werden, erfolgt die Analyse auch in Suspension. Das LA-960 bietet die Möglichkeit, verschiedene Dispergiermedien zu



Abb. 2: Das Mini-Flow Modul bietet den kompletten Komfort der Standard-Zirkulationseinheit, benötigt dabei aber 7 Mal weniger Dispergierflüssigkeit.

## HIGHLIGHTS

- ▶ Extrem weiter Messbereich von 0,01 µm bis 5 mm
- ▶ Nass- und Trockenmessungen möglich
- ▶ Auswertung nach Mie-Theorie (Beugung und Streuung)
- ▶ Analysenzyklus: <1 Minute (von Probe zu Probe)
- ▶ Messzellenwechsel in Sekundenschnelle
- ▶ Leistungsfähiges Zirkulationssystem



Abb. 3: Optional kann ein Slurry Sampler für Suspensionen eingesetzt werden, der bis zu 60 Proben vollautomatisch bearbeitet.

10<sup>-9</sup> m

verwenden: typischerweise Wasser oder Alkohol (2-Propanol, Ethanol etc.), aber auch unpolare organische Lösemittel wie Hexan, Heptan oder Toluol können eingesetzt werden.

Das System befüllt sich automatisch über eine Autofill-Pumpe mit dem Dispergiermedium und nach Probenzugabe wird die Probe in einem Zirkulationssystem durch die Messzelle geleitet. Eine leistungsstarke, **integrierte Ultraschallsonde** löst eventuell vorhandene Agglomerate auf und sorgt für eine **effektive Dispergierung**. Eine externe Probenvorbereitung kann daher in den meisten Fällen entfallen. Der Arbeitsaufwand für eine Messung mit dem LA-960 beläuft sich auf ein Minimum: Die **Analysen lassen sich weitgehend automatisieren**, nach der Messung reinigt sich das Gerät automatisch selbst. Die Dauer eines Analysenzyklus inkl. Probenvorbereitung, Messung und Reinigung liegt üblicherweise bei 1 Minute, was einen hohen Probendurchsatz ermöglicht

Die benötigte Flüssigkeitsmenge für eine Nassmessung liegt zwischen 180 und 250 ml, die eigentliche Probenmenge beträgt dabei üblicherweise nur einige Milliliter bzw. Milligramm. Sollten jedoch nur sehr geringe Probenmengen vorliegen, z. B. nach einer Vermahlung in einer Schwingmühle MM 400, kann

die benötigte Flüssigkeits- und Probenmenge weiter reduziert werden. Das optionale **Mini-Flow Modul** (Abb. 2) bietet den kompletten Komfort der Standard-Zirkulationseinheit, inkl. Autofill, Ultraschall und selbstständiger Spülfunktion, allerdings bei deutlich geringerem Flüssigkeitsverbrauch von nur 35 bis 55 ml. Für sehr geringe Probenmengen bietet sich die **Standmesszelle** an, mit der Analysen in nur **7 – 15 ml Flüssigkeit** durchgeführt werden können. Die Standmesszelle wird von Hand befüllt und homogenisiert die Probe mittels eines Magnetrührers.



Abb. 4: Sollen pulverförmige Materialien im trockenen Zustand gemessen werden, so ist dies mit der optionalen Trockendispergierereinheit PowderJet möglich.

## Fazit

Das neue Lasergranulometer LA-960 bietet einzigartige Möglichkeiten zur Messung von Suspensionen, Emulsionen und trockenen Pulvern. Durch den extrem breiten Messbereich von 10 nm bis 5 mm und den hohen Probendurchsatz lassen sich Mahlprozesse lückenlos dokumentieren. Eine Vielzahl verschiedener Module macht den Einsatz des LA-960 sehr flexibel.

# RETSCH SETZT MASSSTÄBE

## IN DER AUFBEREITUNG & CHARAKTERISIERUNG VON FESTSTOFFEN

RETSCH ist weltweit führender Lösungsanbieter für die Zerkleinerung, Homogenisierung und Partikelgrößenmessung von Feststoffen im Rahmen der Qualitätskontrolle.

### ZERKLEINERN

- Backenbrecher
- Rotormühlen
- Schneidmühlen
- Messermühlen
- Scheibmühlen
- Mörsermühlen
- Schwingmühlen
- Kugelmühlen

### PARTIKEL MESSEN

- Siebmaschinen
- Analysensiebe
- Auswertesoftware
- Partikelgrößen- und Partikelformanalyse mittels dynamischer Bildanalyse (RETSCH TECHNOLOGY)
- Laserstreulicht-Spektrometer (RETSCH TECHNOLOGY)

### ASSISTIEREN

- Probensteiler
- Zuteilgeräte
- Schnelltrockner
- Ultraschallbäder
- Tablettenpressen



**VERDER**  
scientific

**CARBOLITE ELTRA Retsch Retsch**  
TECHNOLOGY

Als Teil der VERDER-Gruppe setzt der Geschäftsbereich VERDER SCIENTIFIC Maßstäbe in der Entwicklung, Fertigung und dem Vertrieb von Labor- und Analysegeräten. Diese kommen in den Bereichen Qualitätskontrolle, Forschung und Entwicklung für die Probenvorbereitung und Analytik von Feststoffen zum Einsatz.