

Die CryoMill im Einsatz für Proben mit leichtflüchtigen Bestandteilen



www.retsch.de/cryomill

VORTEILE

- ▶ Schnelle, effiziente Kryogermahlung bei -196°C
- ▶ Hohe Endfeinheiten unter $5\text{ }\mu\text{m}$ durch Zerkleinerung mit Prall und Reibung
- ▶ Besonders effektiv und sicher dank integriertem Kühlsystem mit Autofill
- ▶ Verschraubbare Mahlbecher sichern verlustfreie Zerkleinerung
- ▶ Geringer Stickstoffverbrauch
- ▶ Programmierbare Kühl- und Mahlzyklen

Bei vielen Materialien ist es vorteilhaft, für die Zerkleinerung eine Kryomühle einzusetzen, statt einer Labormühle, die bei Raumtemperatur arbeitet. Die Probe wird durch den eingesetzten flüssigen Stickstoff versprödet und kann darum besser durch Schlag, Druck und Reibung zerkleinert werden; außerdem bleiben leicht flüchtige Bestandteile erhalten. Die RETSCH CryoMill gehört zu den modernsten und sichersten Kryomühlen im Markt und liefert zudem hervorragende Mahlergebnisse.

Dank des umfangreichen Zubehörs, ist ihr Einsatzgebiet dabei sehr vielfältig:

Mahlbecher

Die verschraubbaren Mahlbecher aus gehärtetem und rostfreiem Stahl wurden speziell für den Einsatz in der CryoMill entwickelt. Sie sind besonders sicher, da kein Material entweichen kann. Die Mahlbecher sind in den Größen 5 ml, 25 ml, 35 ml und 50 ml erhältlich. Für Anwendungen, bei denen aufgrund möglicher Kontamination keine Stahlbecher benutzt werden dürfen, bietet RETSCH einen 25 ml Mahlbecher aus PTFE mit entsprechenden Kugeln an.

Adapter

Verschiedene Adapter machen die CryoMill vielfältig einsetzbar. Wenn nur sehr geringe Probenmengen aufbereitet werden, empfiehlt sich ein Adapter für 2 bzw. 4 Mahlbecher à 5 ml. Dank eines weiteren Adapters ist es auch möglich, bis zu 4 Reaktionsgefäße à 2 ml einzusetzen.

LN₂ Behälter

Für die sichere und komfortable Nutzung ist die CryoMill von RETSCH mit einem Autofill-System für flüssigen Stickstoff ausgestattet. Dieses ist mit einem 10 Liter Behälter (für bis zu 5 Proben) oder einem 50 Liter Behälter (für ca. 20 – 30 Proben) erhältlich. Es ist auch möglich, kundenseitige Flüssigstickstoff-tanks an die CryoMill anzuschließen. Hierfür bietet RETSCH einen Anschlussschlauch mit Sicherheitsventil an.

Das System ist besonders sicher, da der Anwender zu keinem Zeitpunkt in direkten Kontakt mit dem flüssigen Stickstoff kommt.



Schwingmühle MM 400 mit CryoKit

Die bewährte Kombination für die Kryogermahlung mit externer Vorkühlung.

Brandenburgische Technische Universität Cottbus

Das Profil der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus ist durch die Schwerpunkte „Energie, Umwelt, Material, Bauen, Informations- und Kommunikationstechnologie“ gekennzeichnet. An dem zur Fakultät Umweltwissenschaften und Verfahrenstechnik gehörenden Bereich „Aufbereitung und Verwertung von Roh- und Reststoffen“ wird eine breit gefächerte Palette an Forschungsthemen bearbeitet. **Der Fokus der Forschung liegt auf der stofflichen Verwertung von Materialien aus den Bereichen Automobilrecycling und Elektronikschrott.** Dabei steht neben der Rückgewinnung von NE- und Edelmetallen mittels innovativer Verfahren insbesondere auch die Aufbereitung von Kunststoffrecyclaten im Mittelpunkt der Aktivitäten.

„Am Anfang stand bei uns der Wunsch, die Zerkleinerung von Recyclingkunststoffen aus dem Elektronikschrott als wichtige Vorstufe zur Analyse von bromierten Flammschutzmitteln zu verbessern“, erklärt Jens Markowski vom Bereich Aufbereitung und Verwertung von Roh- und Reststoffen der BTU Cottbus. „Nach und nach haben wir dann entdeckt, dass die CryoMill auch für die Vermahlung anderer Materialien einige Vorteile bietet,

nämlich insbesondere im Bereich der nachwachsenden Rohstoffe, die bei uns ebenfalls eine große Rolle spielen.“

Im Rahmen verschiedener Bundesforschungsprojekte beschäftigen sich die Cottbuser Forscher bereits seit längerem mit der **Aufbereitung von Kunststoffen aus dem Elektronikschrott- und Automobilrecycling.** Die sortenreine Separation der Kunststoffe erfolgt dabei mit Hilfe von Nahinfrarot-Sortierverfahren. Nicht erkannt werden dabei solche Polymere, die mit bromierten Flammschutzmitteln versehen sind und die gemäß Elektro-Gesetz in der vorliegenden Form nicht wieder in Verkehr gebracht werden dürfen.

Für die Analyse von Referenzproben, z. B. aus ABS, PS oder PC-ABS ist die Extraktion und nachfolgende Analyse mittels Gaschromatograph/Massenspektrometer (GC/MS) das Mittel der Wahl. Die dafür notwendige Zerkleinerung der Proben erfolgte an der BTU bisher mit einer älteren RETSCH Ultra-Zentrifugalmühle. Problematisch war dabei, dass sich die Kunststoffe beim Zerkleinerungsvorgang sehr schnell und stark erhitzen, was zum Ausgasen und zur chemischen

Umwandlung eines Teils der leicht flüchtigen Bromverbindungen und damit von vornherein zu ungenauen Analyseergebnissen führen konnte. Auch die ständige Kühlung des Kunststoffmaterials und des Mahlraumes mit flüssigem Stickstoff brachte nicht die gewünschten Effekte.

Für die **Zerkleinerung der bromierten Kunststoffe** wird seit Mitte 2009 die neue CryoMill eingesetzt. Damit können die Probenmaterialien in einem Arbeitsgang zunächst versprödet und anschließend in mehreren Mahlgängen bis auf eine Feinheit von $<10\text{ }\mu\text{m}$ vermahlen werden. Ausgasen, thermische Belastung und Verkleben der Kunststoffpartikel beim Zerkleinerungsvorgang sind seitdem kein Thema mehr. Auch die Homogenität und der mechanische Aufschlussgrad der Probe konnten verbessert werden. „Beim extraktiven Aufschluss und der nachfolgenden Analyse mit der GC/MS können wir nun sicher sein, den Gehalt an den verschiedenen bromierten Flammschutzmitteln realitätsgetreu abbilden zu können“ sagt Jens Markowski. „Und auch die Zerkleinerungsarbeiten sind wesentlich sicherer und ungefährlicher.“



Für die Vermahlung von Meerrettich wird in Cottbus die CryoMill eingesetzt, um die typische Schärfe des Produkts zu bewahren.

Neben der Zerkleinerung der Kunststoffrecyclate kommt die CryoMill auch bei der **Aufbereitung verschiedener biologisch basierter Materialien** zum Einsatz. „Blätter, Stängel, Wurzeln – alles kein Problem für die CryoMill. Durch die individuell einstellbare Vorkühlphase und die dabei erfolgende Versprödung der Materialien **erreicht man selbst bei Stoffen mit hohem Wassergehalt und ausgeprägter Neigung zum Schmieren während der Zerkleinerung eine sehr feine Vermahlung ohne Verluste an Inhaltsstoffen.**“

Von Vorteil ist dabei die individuelle Wahl der Mahlkugeln. Während bei der Vermahlung der Hartkunststoffe eine 25 mm Kugel mit einem Gewicht von 63,5 g zum Einsatz kommt, genügen für die Zerkleinerung von Blättern beispielsweise zwei 15 mm Kugeln, die lediglich jeweils 13,7 g wiegen.

Aktuellstes Beispiel aus der Rubrik Bio-Materialien ist die Vermahlung von frischem Meerrettich. Dieses typische Spreewaldgemüse möchte ein Lausitzer Schokolater in einer seiner neuen Kreationen in

hochwertige Bitterschokolade einbringen. Das Problem dabei: der Meerrettich muss sehr fein aufgemahlen werden und beginnt nach dem klassischen Reiben sofort seine typische Schärfe zu verlieren. Der Schokolater wandte sich deshalb an die BTU. „Mit der kryogenen Vermahlung wird das Problem optimal gelöst. **Der Meerrettich wird in versprödeten Form sehr fein gemahlen und die geschmacksbildenden Stoffe bleiben im Pulver erhalten.**“