

Nassvermahlung von Aktivkohle in einer Retsch Planetenkugelmühle

Messgerät: SYNC

Aktivkohle

Aktivkohle bezeichnet porösen Kohlenstoff mit großer interner Oberfläche, der aufgrund seiner guten Adsorptionseigenschaften vielfältige Anwendungsmöglichkeiten bietet, beispielsweise bei der Trinkwasseraufbereitung oder in Luftfiltern. In der Regel wird Aktivkohle Holzkohle gewonnen, wobei jedoch viele Stoffe mit einem hohen Kohlenstoffgehalt als Ausgangsmaterial dienen können: Nussschalen, Torf, petrochemische Produkte oder Knochen. Die innere Struktur der Aktivkohle besteht aus großen Poren, die während des Produktionsprozesses entstehen. Aktivkohle ist in verschiedenen Spezifikationen/Formen erhältlich - z. B. als Pulver, Granulat oder Extrudat.

In dem hier beschriebenen Mahlversuch sollte eine Probe Aktivkohlegranulat aus Kokosnuss-Schalen mit einer Ausgangskorngröße von 1-2 Millimetern (Abb. 2) auf kleiner 1 μm zerkleinert werden. Derart geringe Partikelgrößen sind im trockenen Zustand kaum erreichbar. Daher wurde eine Nassvermahlung in einer Planetenkugelmühle PM100 (Abb. 1) von Retsch durchgeführt. Als Flüssigkeit wurde Isopropanol verwendet, das bessere Benetzungseigenschaften als Wasser aufweist.

Der Mahlfortschritt wurde mittels Laserbeugung dokumentiert. Für die Messungen kam ein Microtrac SYNC (Abb. 1) zum Einsatz, der sich für Partikelanalysen im Größenbereich 10 nm bis 4 mm eignet.



Abb. 1: Retsch Planetenkugelmühle PM100 (links) und Microtrac Laserbeugungs-Analysator SYNC (rechts).

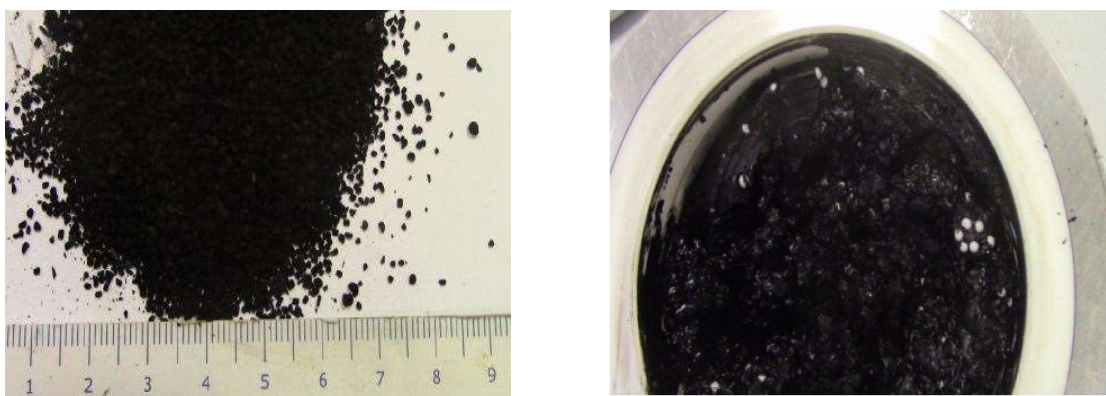


Abb. 2: Ausgangsmaterial Aktivkohlegranulat (links), vermahlene Aktivkohle im Zirkonoxid-Mahlbecher (rechts). Erkennbar sind die hellen Mahlkugeln aus Zirkonoxid.

Beschreibung des Mahlversuches und der Messeinstellungen

Mahlversuch:

- Material: Aktivkohle aus Kokosnuss-Schalen
- Ausgangskorngröße: ca. 1 mm
- Aufgabemenge: 32 g (entspricht ca. 125 ml)
- Materialeigenschaft: hart, spröde
- Mühle: Retsch PM100 Planetenkugelmühle
- Konfiguration: 500 ml Mahlbecher aus Zirkonoxid, 1000 g Zirkonoxid-Mahlkugeln, 3mm, 200 ml Isopropanol
- Einstellungen: Umdrehungsgeschwindigkeit 480 rpm
- Mahldauer insgesamt: 2 Stunden 30 Minuten
- Partikelanalyse mit SYNC Laserbeugung: nach 5 min, 30 min, 60 min, 1 h 45 min und 2 h 30 min

Nach der Vermahlung lässt sich die Probe durch Siebung von den Mahlkugeln trennen.

Messeinstellungen Laserbeugung:

- Messgerät: SYNC, Konfiguration 3R (drei rote Laser, Wellenlänge 780 nm, Abb. 3)
- Dispergierung: Nassmessung mit FlowSync, Messung in Isopropanol
- Pumpgeschwindigkeit: 55 %
- Ultraschall: 60 Sekunden, Stärke 100 %
- Messzeit: 20 Sekunden
- Auswertung nach Mie-Theorie, Brechungsindex Partikel: 1,85, Brechungsindex Medium: 1,38
- Partikelmodell: irreguläre Partikel
- Norm: ISO 13320

Das Aufbau der Laserbeugungsanalyse ist in Abb. 3 erläutert. Der Streu- oder Beugungswinkel ist abhängig von der Partikelgröße, wobei große Partikel das Licht zu kleinen Winkeln und kleine Partikel das Licht zu großen Winkeln streuen.

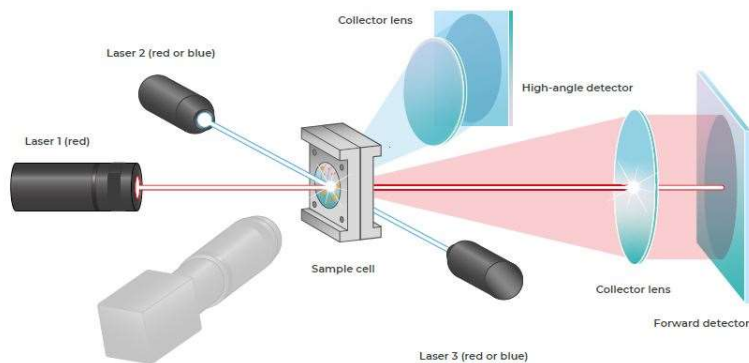


Abb. 3: Funktionsprinzip Laserbeugungsanalyse mit SYNC. Die Probe in der Messzelle wird von drei Lasern erfasst. Zwei Detektor-Arrays zeichnen das Streulicht über einen Winkelbereich von 0 bis 163° auf. Aus dem Streulichtmuster wird die Partikelgrößenverteilung berechnet.

Mahlergebnisse

Die Mahlergebnisse sind in Tabelle 1 und dem dazugehörigen Diagramm (Abb. 4) dargestellt. Üblicherweise werden bei der Partikelanalyse Perzentilwerte bei 10%, 50% und 90% angegeben, um die Größenverteilung zu beschreiben (d10, d50, d90). Diese Werte geben jeweils die Größe an, unterhalb derer sich 10%, 50% oder 90 % der Probe befinden (Beispiel: d90 = 1 µm bedeutet, 90 % der Probe sind kleiner als 1 µm). Bei den Prozentwerten handelt es sich immer um Volumenprozent.

Bereits nach 5 Minuten ist ein d50 (Median) von kleiner 5 µm und ein d90 von ca. 10 µm erreicht. Nach 60 Minuten beträgt der d50 nur noch 1 µm, d. h. die Hälfte des Probenvolumens besteht aus Partikeln kleiner 1 µm.

Nach 150 Minuten ist ein Median von 680 nm erreicht, der d90 liegt bei knapp unter 2 µm. Hier ist kein Fortschritt im Vergleich zu der Messung nach 105 Minuten feststellbar, d. h. es gibt kaum noch weitere Zerkleinerung. Es ließen sich eventuell höhere Endfeinheiten erzielen, wenn kleinere Mahlkugeln verwendet werden.

Im Anhang sind die Protokolle der Einzelmessungen aufgeführt.

Mahldauer [min]	d10 [µm]	d50 [µm]	d90 [µm]
5	2,00	4,53	10,25
30	0,57	1,75	3,78
60	0,48	1,00	2,64
105	0,43	0,76	1,76
150	0,40	0,68	1,88

Tabelle 1: Mahlfortschritt d10, d50 und d90.

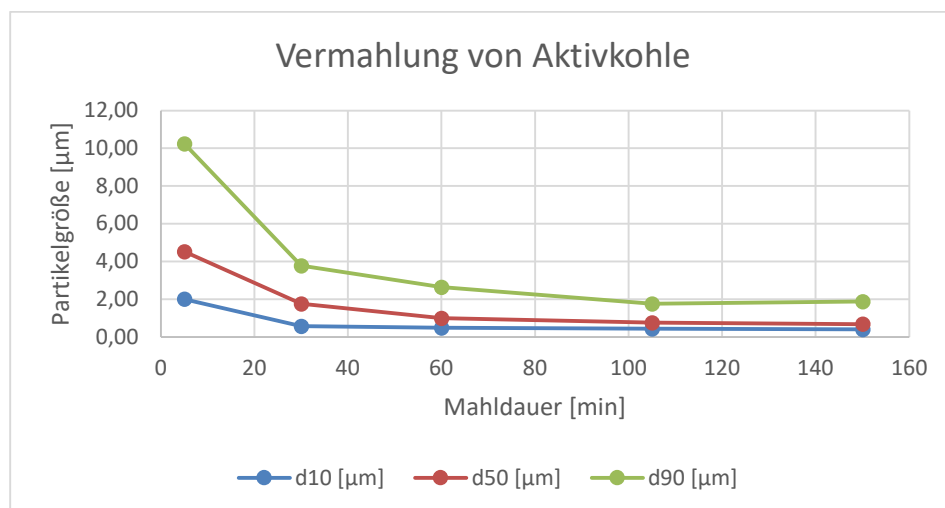


Abb. 4: Änderung von d10, d50 und d90 Wert mit fortschreitender Mahldauer

Zusammenfassung

Dank des breiten Größenbereiches und kurzer Analysenzeiten ist der Microtrac SYNC hervorragend für die Dokumentation von Mahlprozessen geeignet. Durch wiederholte Probenahme nach definierter Mahldauer lässt sich feststellen, dass zu Beginn des Prozesses der schnellste Fortschritt erzielt wird. So lässt sich einfach herausfinden, wann das gewünschte Ergebnis erreicht ist. Wenn die Partikelgrößenverteilung sich mit verlängerter Mahldauer nicht mehr ändert, ist die Endfeinheit erreicht.

For further information please contact us at:

www.microtrac.com

