

Monitorización y control de la temperatura del proceso de molienda con el MM 500 control

Dra. Lena Weigold
Product Manager Retsch GmbH

Un punto aparentemente trivial pero potencialmente desafiante en un proceso de homogeneización de la muestra es su estado original. La preparación de muestras en molinos de bolas, por ejemplo, se basa en el mecanismo físico de impacto y fricción. Estos dos mecanismos implican un proceso de calentamiento que plantea un serio problema para los materiales termosensibles. El MM500 control es el primer molino de bolas de laboratorio diseñado especialmente para procesar materiales sensibles a la temperatura.

El MM 500 control monitoriza y controla la temperatura del proceso de molienda. Con su máxima frecuencia de hasta 30 Hz es un potente instrumento para los procesos de molienda seca, húmeda y criogénica. Además, el MM 500 control presenta un concepto innovador para la refrigeración de las muestras. El intervalo de temperatura cubre un área de -100 a 100 °C, proporcionando nuevos enfoques para el enfriamiento de la muestra y la molienda criogénica (Figura 1). ¡Incluso el calentamiento de la muestra es posible!

Concepto de refrigeración

En el MM 500 control, el material se procesa en recipientes de bloqueo por tornillo, Retsch Screw Lock Jars, los cuales simple-

mente se colocan sobre placas térmicas para su atemperado (Figura 2). Como los recipientes de molienda están en contacto metálico con las placas térmicas, el calor se transfiere de manera efectiva desde o hacia estos recipientes. Las placas térmicas, a su vez, son atemperadas por un fluido térmico.



Figura 2: Concepto de refrigeración basado en placas térmicas; la muestra se procesa en recipientes de bloqueo por tornillo -Screw Lock Jars- que son montados sobre las placas térmicas

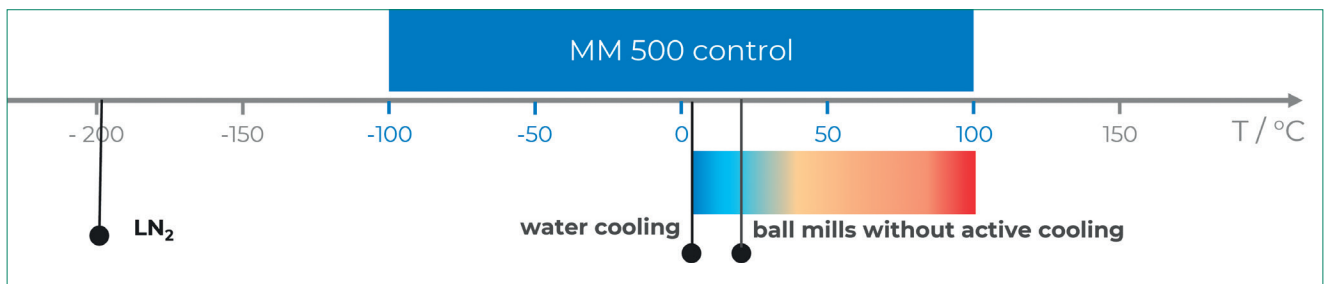


Figura 1: MM 500 control y su intervalo de temperatura de funcionamiento, relacionado con el resto de molinos de bolas con refrigeración por agua, sin refrigeración o con refrigeración con nitrógeno líquido

Innovaciones técnicas y diseño avanzado

Las innovaciones técnicas y el avanzado diseño del MM 500 control ofrecen prestaciones completamente nuevas (Figura 3).

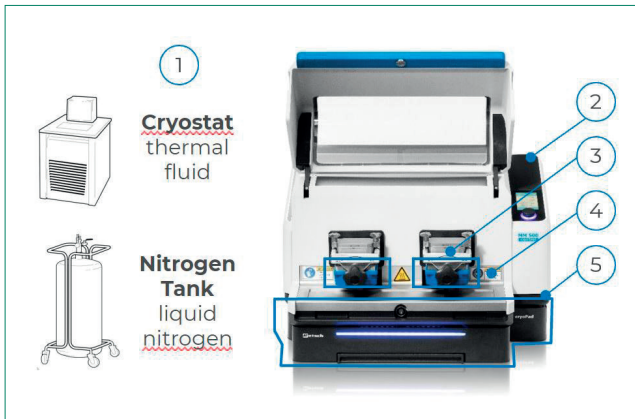


Figura 3: Beneficios clave y características únicas del MM 500 control / 1: diferentes posibilidades de configuración; 2: monitorización de temperatura, 3: recipientes de bloqueo por tornillo, 4: placas térmicas, 5: tecnología cryoPad (cada apartado se explica con detalle en el texto que sigue)

1. Diferentes configuraciones:
El sistema innovador de tubos internos permite utilizar tanto nitrógeno líquido como cualquier otro fluido térmico para el atemperado de la muestra. La refrigeración puede realizarse tanto con un criostato estándar como con un tanque de nitrógeno. Por primera vez también se pueden alcanzar temperaturas criogénicas sin necesidad de utilizar nitrógeno líquido.
2. Monitorización de la temperatura:
Las temperaturas de las placas térmicas se muestran en el *display* continuamente durante el proceso de molienda, proporcionando información valiosa sobre el desarrollo de la temperatura dentro de los recipientes.
3. Recipientes de bloqueo por tornillo:
Los recipientes de bloqueo por tornillo permiten un fácil manejo de las muestras y un alto rendimiento mediante el uso de dos recipientes simultáneamente con un tamaño de hasta 125 ml cada uno. También hay disponibles recipientes de molienda de óxido de zirconio y de carburo de tungsteno.
4. Placas térmicas:
Permiten la refrigeración indirecta de la muestra y su calentamiento en el intervalo -100 ± 100 °C.
5. Tecnología cryoPad:
Si se utiliza nitrógeno líquido para el atemperado, el molino debe ampliarse con la extensión opcional disponible cryoPad. La tecnología cryoPad permite por primera vez seleccionar y mantener una temperatura específica de enfriamiento para el atemperamiento. El área accesible que utiliza nitrógeno líquido para la refrigeración cubre un intervalo de -100 hasta 0 °C, en pasos de 10 . El sistema patentado PID

(proporcional-integrado-derivativo) del cryoPad controla el flujo de nitrógeno líquido a través del sistema de tubos y regula de manera eficaz la temperatura de las placas térmicas.

Objetivos de la refrigeración / calentamiento de muestras

El MM 500 control ofrece beneficios únicos para el manejo de los procesos sensibles a la temperatura. Con este equipo no es necesario el incómodo preenfriamiento de muestras o pausas de molienda que consumen mucho tiempo. Independientemente de cualquier industria específica, se identifican cuatro objetivos diferentes que requieren enfriamiento / calentamiento de muestras:

1. Preservar sustancias para su análisis
Los materiales pueden cambiar su estructura física o química si se calientan a temperaturas elevadas. Esto significa que el analito de interés no es el mismo que antes de la preparación de la muestra. En muestras volátiles o sustancias que puedan evaporarse a elevadas temperaturas también la cantidad de analito puede verse notablemente modificada por el desarrollo del proceso de calentamiento.
2. Fragilización
Los materiales dúctiles y pegajosos deben ser fragilizados para su homogeneización en molinos de bolas. No todas las muestras requieren temperaturas de -196 °C como las que se alcanzan con nitrógeno líquido en molinos típicos criogénicos. El MM 500 control ofrece una opción conveniente y segura de enfriamiento con un alto rendimiento con temperaturas por debajo de -100 °C.
3. Molienda en húmedo por debajo de la temperatura ambiente
La molienda nano se realiza típicamente en procesos de molienda húmeda a altas frecuencias / rotaciones por minuto. Los resultados que necesitan altas energías no suelen requerir temperaturas por encima de los 80 °C. Si los recipientes se enfrían con un fluido térmico no es necesario hacer pausas en la molienda para enfriar y continuar con el proceso posteriormente, véase el ejemplo de la Figura 5. La temperatura en las placas térmicas se controla y monitoriza durante todo el proceso. La toma de submuestra para comprobar el tamaño final durante el proceso es mucho más fácil que en otros equipos.
4. Mecanoquímica
La mecanoquímica y los procesos de aleación mecánica requieren una energía para iniciar o intensificar las reacciones químicas del material o la formación de mezclas de material. El calentamiento activo del recipiente puede mejorar considerablemente los resultados de las reacciones químicas. Por otro lado, la regulación de la temperatura del MM 500 control también puede usarse para mantener el nivel de temperatura seleccionada durante todo el proceso y, por tanto, permitir el control de la formación de derivados químicos.

molienda

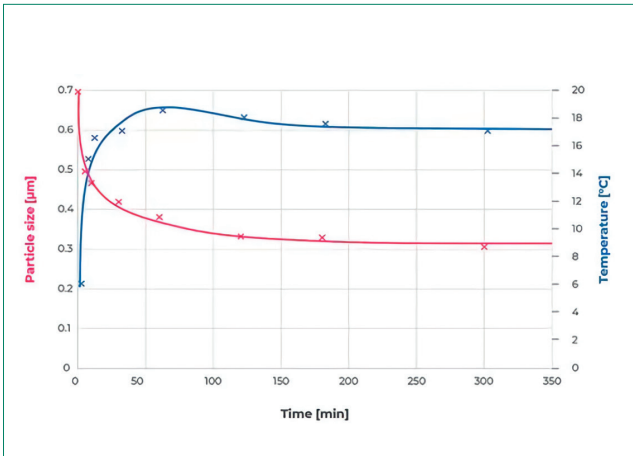


Figura 5: tamaño final y desarrollo de la temperatura en un proceso de molienda en húmedo en función del tiempo; los recipientes son enfriados con agua, la cual se suministra por un enfriador programado a 4 °C y la temperatura permanece por debajo de la temperatura ambiente

Ejemplos de aplicación

Los materiales que se ven afectados por el desarrollo del calor se encuentran en casi todos los campos de aplicación. Agricultura, biología, química, plásticos, ingeniería, reciclaje, productos farmacéuticos, industria alimentaria e incluso geología muestran una necesidad de enfriamiento de las muestras (Tabla 4).

Conclusión

El Mixer Mill MM 500 control es una verdadera primicia mundial: es el primer molino de bolas de laboratorio de alta energía que permite monitorizar y controlar la temperatura durante un proceso de molienda. Este molino ofrece nuevas perspectivas y posibilidades para la homogeneización de muestras de materiales termosensibles, molienda criogénica o en procesos de molienda en húmedo en el campo de la mecanoquímica.

www.retsch.es/mm500control






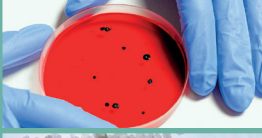

| | Material | Sustancia sensible a la temperatura |
|---|-----------------------------|---|
|  | productos farmacéuticos | p. ej., ingredientes farmacéuticos activos (API) |
|  | alimentos (frescos, grasos) | p. ej., ingredientes alimentarios, aromatizantes, vitaminas |
|  | materiales vegetales | p. ej., pesticidas, aceites etéreos |
|  | polímeros | p. ej., plastificantes, hidrocarbonato poliaromático (PAH) |
|  | celulosa | p. ej., color |
|  | muestras biológicas | p. ej., proteína, aminoácidos |
|  | rocas, suelos | p.ej., materia orgánica |

Tabla 4: Ejemplos de materiales termosensibles; para cada tipo de material se muestran sustancias que se ven afectadas por el desarrollo de calor