

Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
42781 Haan
Germany

Phone 02104/2333-100
E-Mail info@retsch.com

www.retsch.com

MASSGESCHNEIDERTE PARTIKELGRÖSSEN VON SILIZIUM FÜR LI-IONEN-BATTERIEN: EINSATZ VERSCHIEDENER KUGELMÜHLENTYPEN

Silizium gewinnt als Anodenmaterial für Li-Ionen-Batterien zunehmend an Bedeutung. Seine außergewöhnlich hohe spezifische Kapazität von etwa 3.600 mAh/g ermöglicht es, rund zehnmal mehr Lithium-Ionen zu speichern als herkömmliches Graphit. Dieses Potenzial macht Silizium zum Basismaterial für Anoden oder als Zusatz in Kohlenstoff-Silizium-Verbundanoden. Ein entscheidender Faktor für die Leistungsfähigkeit von Li-Ionen-Batterien ist die Partikelgröße des Siliziums: Sie beeinflusst das elektrochemische Verhalten, die Zyklusstabilität und die Lebensdauer der Anode maßgeblich. Für Batterieanwendungen werden Siliziumpartikel daher gezielt auf Größen von wenigen Mikrometern bis in den Submikrometer- und Nanometerbereich eingestellt.

[Vergleich der Mahlmechanismen moderner Kugelmöhlen](#)

Mit modernen Kugelmöhlen lassen sich kleine Materialmengen gezielt auf die gewünschte Feinheit bringen und maßgeschneiderte Partikelgrößen einstellen. Die verschiedenen Mühlentypen unterscheiden sich insbesondere in der Bewegung des Mahlbeckers, was das Mahlergebnis maßgeblich prägt:

Bei der Planeten-Kugelmühle (Abb. 1) dreht sich der Mahlbecher auf einer Kreisbahn („Sonnenrad“), wodurch vor allem Reibungskräfte zwischen Kugeln und Material entstehen. In der Schwingmühle (Abb. 2) hingegen bewegt sich der Becher oszillierend in einer horizontalen Ebene. Dieses Bewegungsmuster sorgt für eine besonders starke Beanspruchung des Mahlguts durch häufige Prall- und Stoßereignisse, die eine schnelle und effiziente Zerkleinerung ermöglichen.

Die Hochleistungs-Kugelmühle Emax (Abb. 3) kombiniert beide Mechanismen und erzielt durch eine sehr hohe Drehzahl und gezielte Steuerung von Prall- und Reibungseffekten einen extrem hohen Energieeintrag.

Jede Kugelmühle bringt somit ihre eigenen Stärken in Bezug auf Performance und Handling mit (siehe Abbildung 4).

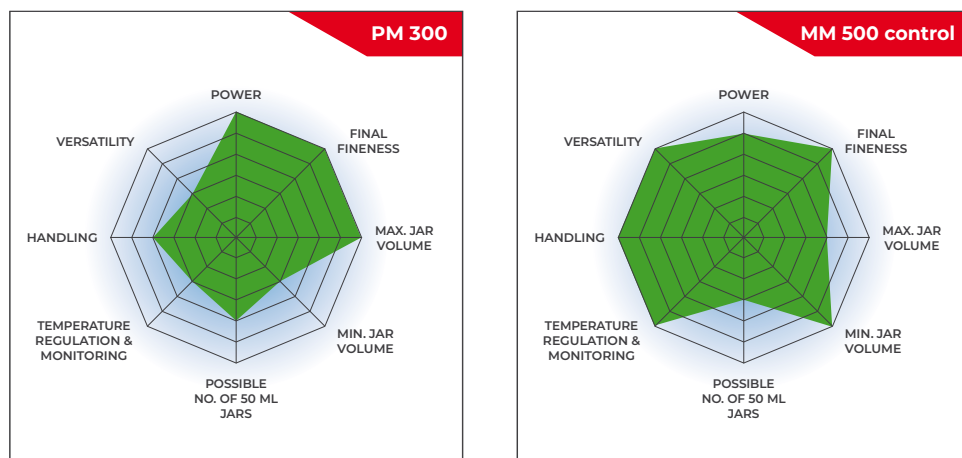


Abbildung 4: Visualisierung der Eigenschaften und Stärken der einzelnen Kugelmühlenmodelle. In dem gezeigten Beispiel ist leicht zu erkennen, dass die Planeten-Kugelmühle PM 300 in Bezug auf Leistung, Endfeinheit und maximales Bechervolumen Vorteile gegenüber der Schwingmühle MM 500 control bietet. Diese punktet hingegen durch einfache Handhabung, Vielseitigkeit und die Möglichkeit, die Temperatur während des Prozesses zu kontrollieren.

Optimale Kombination von Becher, Kugeln und Parametern für effiziente Zerkleinerung

Neben der Art der Mühle spielen auch die Größe und das Material des Mahlbeckers sowie die Größe, Anzahl und das Material der Mahlkugeln eine wichtige Rolle für das Mahlergebnis. Verschiedene Bechermaterialien wie Zirkonoxid oder Edelstahl bieten Vorteile hinsichtlich Abrieb und chemischer Beständigkeit. Kleinere Kugeln fördern eine feine Zerkleinerung, während größere Kugeln für das Aufbrechen grober Partikel sorgen. Die optimale Kombination dieser Faktoren sowie die Wahl der Mahlparameter – insbesondere Drehzahl, Prozesszeit und Füllgrad – bestimmen die erzielte Feinheit und Partikelgrößenverteilung. Je nach Material und Anwendung kann es zudem notwendig sein, Mahlpausen einzulegen, um eine übermäßige Erwärmung zu vermeiden und die Prozesssicherheit zu gewährleisten.

Im folgenden Beispiel wird Silizium mit drei verschiedenen Hochleistungsmühlen zerkleinert, die sich alle durch hohe Drehzahlen bzw. Frequenzen und einen entsprechend hohen Energieeintrag auszeichnen.



Abb. 2: Schwingmühle MM 500 nano

Partikelgröbeneinstellung mit der Schwingmühle MM 500 nano

Die Schwingmühle MM 500 nano (Abbildung 2) ist ein kompaktes und vielseitiges Tischgerät, das speziell für die schnelle Trocken-, Nass- und Kryogenvermahlung von bis zu 2 x 45 ml Probenmaterial entwickelt wurde. Mit einer maximalen Frequenz von 35 Hz erzeugt die Mühle ausreichend Energie, um Partikelgrößen bis in den Nanometerbereich zu erzielen. Durch den robusten Hochleistungsantrieb eignet sich die Mühle auch für Langzeitvermahlungen bis zu 99 Stunden und ist somit für Anwendungen in Forschung und Entwicklung bestens geeignet.

Für die Zerkleinerung von Silizium wird ein 125 ml Mahlbecher aus Zirkoniumoxid mit 275 g Mahlkugeln mit einem Durchmesser von 0,5 mm befüllt. Für die Nassvermahlung werden zudem 20 g des Siliziumpulvers und etwa 30 ml Isopropanol hinzugegeben und gemischt, wodurch eine ölähnliche Viskosität entsteht.

Die Zerkleinerung wird bei höchster Frequenz von 35 Hz durchgeführt, wobei die Mühle nach 30 Minuten gestoppt wird, um weitere 5 ml Flüssigkeit hinzuzugeben, um die Viskosität aufrecht zu erhalten. Nach 60 min Prozesszeit wurde die Partikelgröße von $d_{90} = 30 \mu\text{m}$ auf $d_{90} = 0.5 \mu\text{m}$ reduziert. Auch bei längerer Prozesszeit konnte keine weitere Reduzierung mehr beobachtet werden. Die erzielte Partikelgrößenverteilung nach 60 min ist in Abbildung 5 dargestellt.

Partikelgrößeneinstellung mit der Hochleistungsmühle Emax

Die Kugelmühle Emax (Abbildung 3) von Retsch ist eine innovative Kugelmühle für eine effektive Zerkleinerung mit höchstem Energieeintrag bei Drehzahlen bis zu 2.000 U/min. Sie vereint Reibung und Prall, wodurch in kürzester Zeit eine hohe Feinheit erzeugt werden kann. Das integrierte Wasserkühlsystem erlaubt Langzeitvermahlungen ohne Abkühlphasen, bzw. sorgt die Temperaturüberwachung mit automatischer An- und Abschaltung für einen sicheren Betrieb innerhalb der festgelegten Temperaturgrenzen.



Abb. 3: Hochleistungskugelmühle Emax

Für die Zerkleinerung von Silizium wurde wie auch bei der MM 500 nano ein 125 ml Mahlbecher aus Zirkoniumoxid mit 275 g Mahlkugeln mit einem Durchmesser von 0,5 mm befüllt. Wie im vorangegangenen Versuch wird zudem 20 g des Siliziumpulvers und etwa 30 ml Isopropanol hinzugegeben und der Prozess für 60 min bei höchster Drehzahl von 2000 U/min für 60 min durchgeführt. Die resultierende Partikelgrößenverteilung ist in Abbildung 5 dargestellt und weist eine engere Partikelgrößenverteilung als bei der MM 500 nano auf.

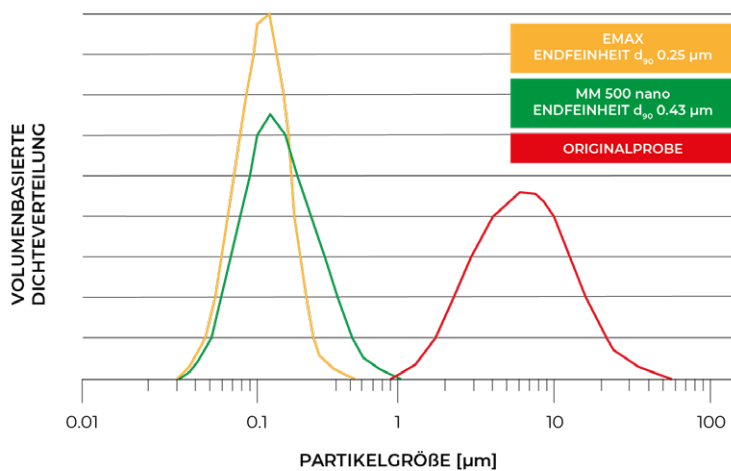


Abb. 5: Volumenbasierte Partikelgrößenverteilung der ursprünglichen Probe und nach 60-minütiger Vermahlung in der Hochleistungs-Kugelmühle Emax und der Schwingmühle MM 500 nano.

Partikelgrößeneinstellung mit der Planetenkugelmühle

Planetenkugelmühlen wie die PM 300 (Abbildung 1) erzeugen hohe Zentrifugalkräfte und intensive Reibungseffekte zwischen den Kugeln und dem Material. Sie eignen sich besonders für größere Probenmengen, da Mahlbecher bis zu 500 ml verfügbar sind.

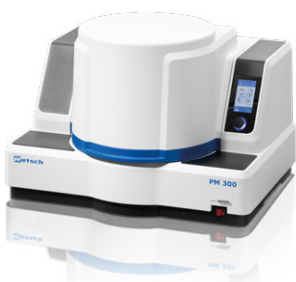


Abb. 1: Planeten-Kugelmühle PM 300

Im Vergleich zur Schwingmühle und zum wassergekühlten Emax steigt die Temperatur im Mahlbecher bei der Planetenkugelmühle tendenziell stärker an, insbesondere bei großen Bechervolumina. Die Temperatur- und Druckentwicklung erfordert das Einlegen von regelmäßigen Kühlpausen, was die Prozesszeit verlängert. Ein Sicherheitsverschluss sowie das Abkühlen im Wasserbad nach der Zerkleinerung gewährleisten die Prozesssicherheit. Für temperaturempfindliche Materialien empfiehlt sich daher der Einsatz von Mühlen mit aktiver Temperaturkontrolle wie dem Emax oder der MM 500 control.



Dr. Lena Weigold

*Produktmanagement
Milling & Sieving*

RETSCH GmbH

Fazit

Mit allen drei vorgestellten Typen von Kugelmühlen – Schwingmühle MM 500 nano, Emax und Planetenkugelmühle – lassen sich Siliziumpartikel zuverlässig auf die für Batterien erforderlichen Größen einstellen. Für die Produktion besonders feiner und gleichmäßiger Partikel sind Hochleistungsmühlen wie Emax und MM 500 nano besonders geeignet, wobei der Emax durch seine integrierte Temperaturkontrolle zusätzliche Prozesssicherheit bietet. Bei der Verarbeitung größerer Mengen oder robusterer Materialien kann die Planetenkugelmühle ihre Stärken ausspielen. Entscheidend für optimale Ergebnisse sind die gezielte Auswahl der Mühle, die Abstimmung von Mahlparametern und die sorgfältige Überwachung des Prozesses.



Weitere Informationen zu diesem Thema auf
www.retsch.com