

Mahlung verschiedener Teesorten

Tee - Kräutertee, Schwarzer Tee oder Grüner Tee

Eine effiziente Probenaufbereitung für schnelle, zuverlässige und reproduzierbare Analyseergebnisse wird in der heutigen Zeit immer wichtiger. Besonders in der Nahrungsmittelindustrie ist eine akribische Probenaufbereitung als Voraussetzung für Feinstanalysen unerlässlich, um vorgegebene Grenz- und Toleranzwerte einhalten zu können.

Bisher haben viele Anwender sehr gute und verlässliche Analysenergebnisse in der Schwermetallanalytik von Pflanzen mit Rotor-Mühlen erzielt. Einerseits wachsen jedoch die Anforderungen an die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Analysenergebnisse und andererseits werden die Grenzwerte für die Gehalte an Schwermetallen immer weiter gesenkt. Neuere Analyseverfahren wie zum Beispiel das ICP-MS gestatten heute den Nachweis von Spurenelementen bis in den ppt-Bereich. Diese Geräte arbeiten oftmals mit deutlich geringeren Einwaagen für die Analyse. Damit wachsen zwangsläufig die Anforderung an die Qualität und die Homogenität der Proben, d.h. die Proben sind immer feiner zu vermahlen.



Abb. 1: Handelsüblicher Tee

Arbeitsweise Rotor-Schnellmühle

Rotor-Mühlen zeichnen sich durch einen mit hoher Drehzahl laufenden Rotor aus. Um den Rotor ist ein Sieb angeordnet, welches die Endfeinheit definiert. Pflanzen, insbesondere deren Stängel, haben langfaserige verholzte Bestandteile. Durch die hohe Drehzahl des Rotors entsteht ein gerichteter Luftstrom. In diesem Luftstrom werden aber längliche Teile in der Flugrichtung ausgerichtet und passieren so das Sieb. Ein extremes Beispiel bezüglich dieses Materialverhaltens ist in dem Artikel zu **Molinia** beschrieben. Dieses Verhalten limitiert die erreichbare Endfeinheit.

Mahlung von grünem Tee

Um den neuen Anforderungen an die Probenaufbereitung gerecht zu werden haben wir jüngst - der Aufgabestellung eines Kunden folgend, Tee deutlich feiner zu vermahlen - gerade verfügbaren Tee in der **Planeten-Mikromühle PULVERISETTE 7 premium line** zerkleinert.

Als Mahlgarnitur wurden Mahlbecher und Kugeln mit 15 mm Durchmesser aus Zirkonoxid eingesetzt.

Wir haben als Werkstoff Zirkonoxid gewählt, da es damit gute Erfahrungen bei der Aufbereitung pflanzlicher Proben gibt und da dessen chemische Bestandteile die Analysenergebnisse nicht stören.



Abb. 2: Loser Grüner Tee

Test mit der PULVERISETTE 7 *premium line*

Nach kurzer Bearbeitungszeit in der Mühle PULVERISETTE 7 *premium line* wurde das im Bild gezeigte Ergebnis erzielt. Dies deckt sich mit den bisher gemachten Erfahrungen zur Aufbereitung von pflanzlichen Proben in Planeten-Kugelmühlen.



Abb. 3: Mahlbecher und Mahlkugeln aus Zirkonoxid

Zerkleinerung von Grünem und Schwarzem Tee

Als weiteren Versuch haben wir Kundenproben – diesmal Schwarzer und Grüner Tee - mit der Planeten-Mikromühle PULVERISETTE 7 *premium line* zerkleinert. Zum Einsatz kam wieder ein Mahlbecher 45 ml und 15 mm Kugeln aus Zirkonoxid.



Abb. 4: Nach 3 Minuten wurden die im Bild gezeigten Ergebnisse erzielt. Sofort nach dem Öffnen der Mahlbecher wurde die Temperatur gemessen und Werte knapp unter 40°C ermittelt.

Mit den anderen Planeten-Kugelmühlen aus unserem Sortiment sind unter vergleichbaren Bedingungen vergleichbare Ergebnisse zu erzielen.

Versuch mit der Rotor-Schnellmühle PULVERISETTE 14 *classic line*

Um den Unterschied zwischen diesen beiden Mühlentypen einmal quantitativ zu erfassen, wurde der grüne Tee parallel zu obigen Versuchen mit der **Rotor-Schnellmühle PULVERISETTE 14 *classic line*** unter Verwendung eines 0,08 mm Siebes zerkleinert

Bei Rotor- bzw. Zentrifugalmühlen definiert ein Sieb die Endfeinheit. Damit gibt es einen Anhaltspunkt für die Korngrößenverteilung der auf diese Weise aufbereiteten Proben.

Optisch sehen beide Proben recht ähnlich aus. Zumindest ist auf den ersten Blick nicht wirklich ein großer Unterschied zu sehen.



Abb. 5: Links ist die mit der Rotor-Schnellmühle PULVERISETTE 14 *classic line* und rechts die mit der Planeten-Kugelmühle PULVERISETTE 7 *premium line* zerkleinerte Probe zu sehen

Bestimmung der Korngrößenverteilung

Die Bestimmung der Korngrößenverteilung mit dem **Laser-Partikelmessgerät ANALYSETTE 22** aus unserem Haus zeigt aber ein deutlich anderes Bild.

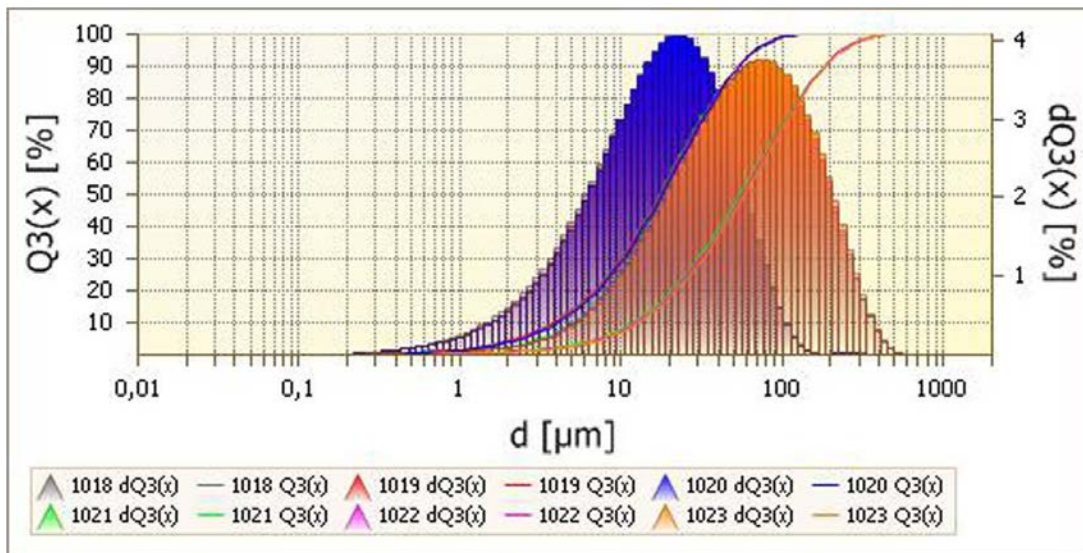


Abb. 6: Blaue Kurve Mahlung mit der Planeten Mikromühle PULVERISETTE 7 *premium line*
 Orange Kurve: Mahlung mit der Rotor-Schnellmühle PULVERISETTE 14 *classic line*

Alle Proben wurden in Wasser gemessen. Beide Verteilungen sind jeweils durch 3 Messungen in zeitlicher Folge gesichert. Es gibt keinen Drift der Messwerte über die Zeit. Tee kann somit unter diesen Dispergierbedingungen gemessen werden.

Blaue Kurve

- Grüner Tee 3 Minuten zerkleinert mit der **Planeten Mikromühle PULVERISETTE 7 premium line** unter Verwendung von Zirkonoxid-Bechern und Kugeln mit 15 mm Durchmesser
 $d_{10} = 3,9\mu\text{m}$ $d_{50} = 17,8\mu\text{m}$ $d_{90} = 53,8\mu\text{m}$

Orange Kurve

- Grüner Tee zerkleinert mit der **Rotor-Schnellmühle PULVERISETTE 14 classic line** unter Verwendung eines 0,08 mm Siebes
 $d_{10} = 12,2\mu\text{m}$ $d_{50} = 56,5\mu\text{m}$ $d_{90} = 184,4\mu\text{m}$

Obwohl in der Rotor-Schnellmühle ein 0,08 mm Sieb zum Einsatz kam, sind nur **63 % < 80 μm** , nur 86 % < 160 μm - der doppelten Maschenweite des Siebe - und 99,6 % < 400 μm - der fünffachen Maschenweite des Siebe.

Der Grund dafür ist ganz einfach!

Eine Siebung ist eine zweidimensionale Betrachtung der Korngröße. Längliche im Luftstrom ausgerichtete Partikel passieren das Sieb. Wir assoziieren aber immer mit einer Korngröße eine Kugel. Das ist aber falsch. Das Laser-Partikelmessgerät berücksichtigt durch das Vermeiden laminarer Strömungen in der Messzelle und einer statistisch gesicherten Anzahl der Messwerte alle drei Dimensionen.

Fazit: Mit einer Planetenkugelmühle lassen sich pflanzliche Proben, wie verschiedene Teesorten deutlich feiner vermahlen als mit einer Rotor-Schnellmühle.

Autor: Dipl. Chem. Wieland Hopfe, Fritsch GmbH,
 E-Mail: info@fritsch.de