

# Beim Wachsen zugeschaut



## Kontinuierliche Messung des Partikelwachstums während der Wirbelschicht-Granulierung

Für Granulate, die in Wirbelschichtprozessen hergestellt werden, spielt die Partikelgrößenverteilung oft eine entscheidende Rolle. Sie bestimmt Fließ- und Trocknungsverhalten, Schüttdichte, Löslichkeit, die Neigung zur Agglomeration und viele andere Eigenschaften. Um die Qualität des Produktes zu sichern, ist es wichtig, das Partikelwachstum schon während des Herstellungsprozesses zu überwachen. ■ Stefan Dietrich

**W**irbelschichtprozesse spielen bei der Herstellung und Verarbeitung pulverförmiger Materialien in vielen Bereichen der Fein- und Spezialchemie, der Pharmazie sowie der Lebensmittelindustrie eine große Rolle. Sie werden eingesetzt, um unterschiedlichste Produkte, wie Waschmittel, Pharma-Wirkstoffe oder Instant-Getränke, aus Sprays zu erzeugen, zu trocknen, zu granulieren, zu beschichten oder auf vielfältige andere Art die Eigenschaften dieser Materialien zu verändern. Fast alle Eigenschaften dieser Produkte werden durch die Korngrößenverteilung beeinflusst. Deshalb spielt gerade die Überwachung dieser Eigenschaft eine Schlüsselrolle bei der Sicherung einer gleich bleibend hohen Qualität des Endprodukts.

Das zur Zeit noch gebräuchlichste Vorgehen bei der Partikelgrößenbestimmung in Wirbelschichtprozessen besteht in der Entnahme von Proben und anschließender Laboranalyse mit unterschiedlichen Messmethoden, wie Siebanalyse, Laserbeugungsmessung oder Verfahren der Bildanalyse. Diese diskontinuierlichen Offline-Messungen erlauben nur die nachträgliche Prozessbewertung. Eingriffe während der Laufzeit sind für kontinuierliche Prozesse nur mit erheblicher Verzögerung realisierbar und bei Batch-Prozessen meist unmöglich.

### AUTOR

#### Stefan Dietrich

ist Geschäftsführer bei Parsum in Chemnitz

T +49/371/5347-328

F +49/371/5347-327

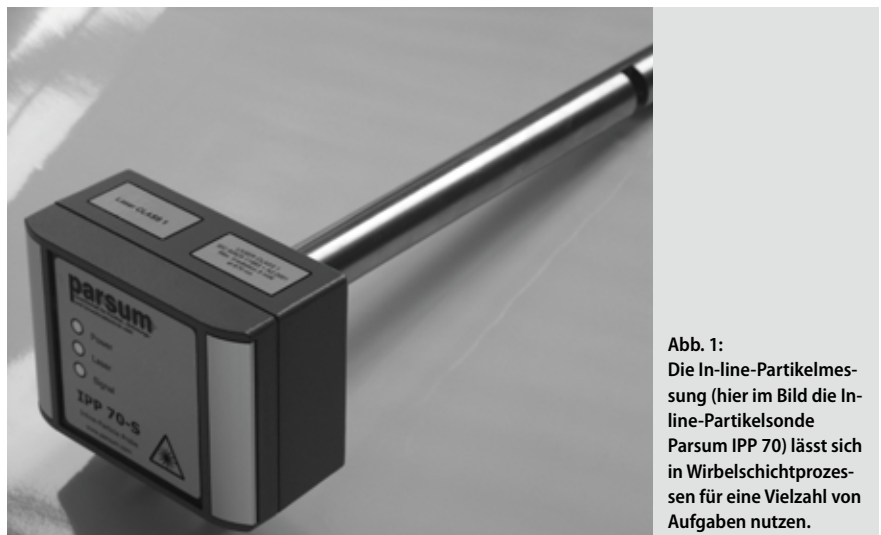


Abb. 1: Die In-line-Partikelmessung (hier im Bild die In-line-Partikelsonde Parsum IPP 70) lässt sich in Wirbelschichtprozessen für eine Vielzahl von Aufgaben nutzen.

Mit dem zunehmenden Grad der Prozessautomatisierung und steigenden Anforderungen an die Protokollierung von Prozessabläufen in der Pharma-Industrie erlangen moderne In-line-Messverfahren eine wachsende Bedeutung für Wirbelschichtprozesse.

Inline-Messverfahren haben sich bereits in einer Reihe unterschiedlicher Anwendungsfelder etabliert. Dazu zählen unter anderem Mahl-, Transport- und Abfüllprozesse sowie Polymerisation und Kristallisation. Die Inline-Messung ermöglicht eine Prozesskontrolle in Echtzeit. Es können Trends und Abweichungen in der laufenden Produktion sofort durch Visualisierung auf dem Bildschirm erkannt werden. Maßnahmen zur Prozesssteuerung (automatisch oder manuell) werden dadurch möglich.

Die besonderen Bedingungen bei der direkten Messung in einer Wirbelschicht sind gekennzeichnet durch:

- ▶ ungerichtete Bewegungen der Partikel;
- ▶ komplizierte Strömungsverhältnisse;
- ▶ hohe Feuchtigkeit und Temperaturen;
- ▶ hohe Partikelbeladung;
- ▶ teilweise Bildung größerer Agglomerate;
- ▶ gleichzeitiges Vorhandensein feiner Pulver und großer Partikel;
- ▶ Neigung zum Anhaften.

Sie stellen eine besondere Herausforderung gegenüber herkömmlichen Messstellen in z.B. Rohrleitungen oder bei frei fallenden Materialien dar. Eine Entnahme und Rückführung des Produkts kommt für die meisten Einsatzfälle nicht in Frage, um die Produkteigenschaften nicht durch die Messung zu beeinflussen und um Repräsentativität und Hygieneanforderungen zu gewährleisten.

Die Messsonden der Typenreihe Parsum IPP wurden in Wirbelschicht-Gr-



Abb. 2: Einbau der In-line-Partikel-Messsonde IPP 50-Se in einen Granulierer unter Ex-Schutz-Bedingungen.

nulieranlagen verschiedener Bauformen und Größen mit unterschiedlichsten Produkten untersucht. Das verwendete Messverfahren der faseroptischen Ortsfilteranemometrie beruht auf der individuellen Erfassung von Geschwindigkeit und Größe der Einzelpartikel, die sich durch das Messvolumen der Sonde bewegen. Ein Sensor aus Lichtwellenleitern erfasst dabei die Impulse, die von Partikeln beim Durchgang durch einen Laserstrahl erzeugt werden. Aus den Signalen werden individuelle Sehnennlängen bestimmt, klassiert und die berechnete Partikelgrößenverteilung als Anzahl- und Volumenverteilung dargestellt (Q0, Q3). In seiner Grundkonfiguration besteht das Messsystem aus einer In-line-Partikelgrößensonde IPP und einem PC mit Mess-Software, die unter Windows läuft. Die Partikelinformationen von maximal vier Sonden können von einem bis zu 100 m entfernt aufgestellten PC weiterverarbeitet werden. Die charakteristischen Kennwerte der aktuellen Partikelgrößenverteilung sind als 4...20 mA-Stromsignale an das Prozessleitsystem übertragbar. Verschiedene, anpassbare Ergebnisdarstellungen ermöglichen dem Anlagenfahrer den Vergleich mit probenehmenden Analyseverfahren, z. B. Siebanalyse oder Laserbeugung.

Die Sonden sind in Edelstahl (316-L) mit verschleißfesten Saphirfenstern ausgeführt und erfassen Partikelgrößen von 50...4.0  $\mu\text{m}$  bei Strömungsgeschwindigkeiten von 0,01...50 m/s. Beispielfhaft werden Messergebnisse aus dem Bereich der pharmazeutischen Industrie und bei der Granulierung von Produkten für die Waschmittelproduktion vorgestellt.

### Kontinuierliche Granulierung von Waschmittel

Bei einem Waschmittelhersteller werden mehrere Wirbelschicht-Sprühgranulierer eingesetzt, deren Beladung je 1,5 Tonnen beträgt. Die Wirbelschicht wird kontinuierlich beschickt und das fertige Granulat über einen klassierenden Abzug herausgeführt. Es werden unterschiedliche Produkte bis zu einer mittleren Größe X50 von ca. 700  $\mu\text{m}$  granuliert.

Ziel des Herstellers ist es, auch bei häufigem Produktwechsel eine konstante Produktion mit möglichst geringer Verweilzeit des Produkts im Granulierer zu erreichen und die Kreislaufmengen deutlich zu reduzieren. Mit dem Assistenzsystem, das kontinuierlich die Partikelgrößenverteilung und weitere Kennwerte, wie Partikelrate und Partikelkonzentration, visualisiert, >

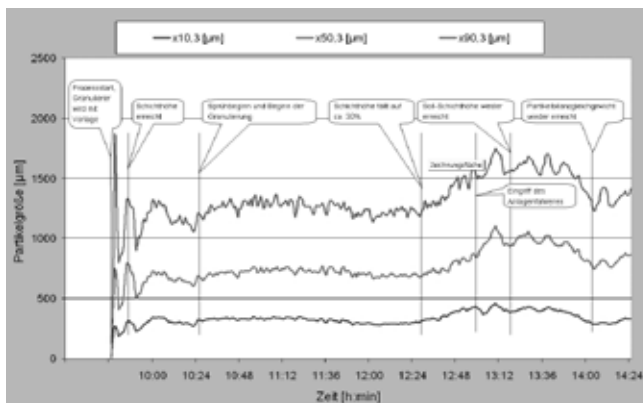


Abb. 3: Zeitverlauf der Partikelgröße während eines Conti-Granulierprozesses mit Prozessstart, Fehlerzustand und Korrektur durch den Anlagenfahrer.

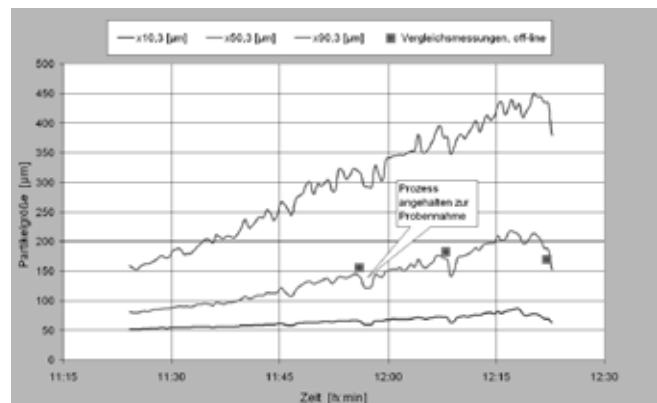


Abb. 4: Verlauf einer Batch-Granulierung von Laktose mit offline ermittelten Vergleichswerten (Laserbeugung).

wird der Anlagenfahrer in die Lage versetzt, den Prozess optimal zu steuern sowie Trends und Störungen rechtzeitig zu erkennen, um darauf zu reagieren.

Hier konnte der Verlauf der erfassten Partikelgröße an den Merkmalen x10, x50, x90 über einen Zeitraum von fünf Stunden dargestellt werden (Abb. 3). Interessant ist zum einen der Prozessbeginn mit Befüllen des Granulierers und Sprühbeginn. Zum anderen ließ sich im weiteren Verlauf ein Ansteigen der Partikelgröße

durch eine reduzierte Wirbelschichthöhe (Fehlerzustand durch äußere Einflüsse) und anschließenden Eingriff des Anlagenfahrers bis zur Wiederherstellung des Normalzustandes erkennen. Gemessen wurde mit der eigensicheren Messsonde IPP 50-Se unter Staub-Ex-Bedingungen. Mit einer permanenten Druckluftspülung werden die optischen Fenster im Messvolumen frei von Ablagerungen gehalten. Um den Temperaturen in der Wirbelschicht bis ca. 120 °C zu widerstehen, war die Messson-

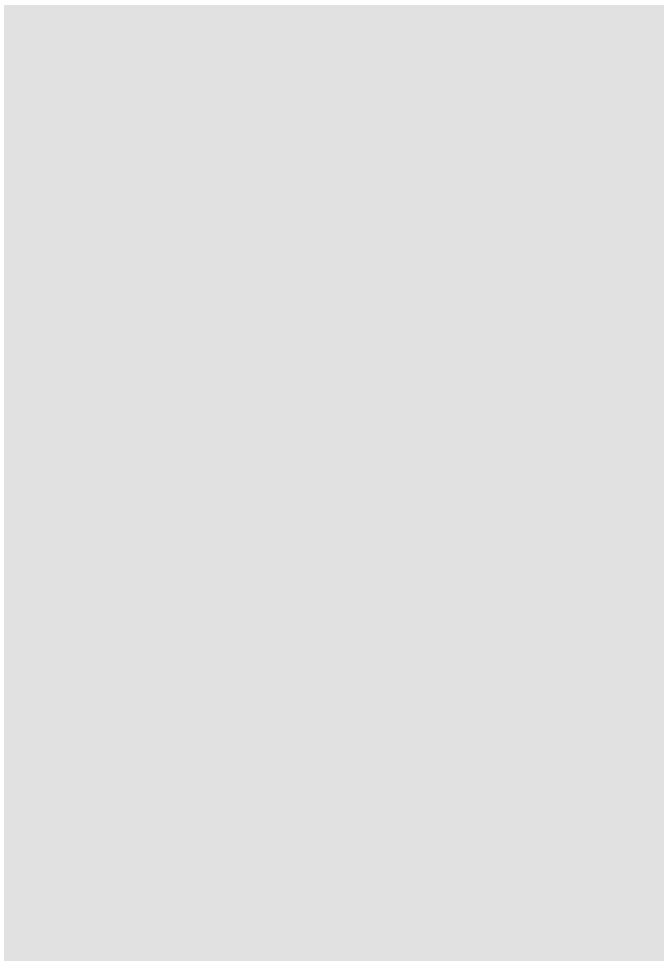
de mit einer zusätzlichen Luftkühlung für die optischen und elektronischen Bauteile ausgerüstet.

### Batch-Granulierung von Pharma-Produkten

Zur Verbesserung des Fließverhaltens und zum Einhalten eines bestimmten Schüttgewichts werden in der pharmazeutischen Produktion sehr feine Pulver und Wirkstoffe häufig mit Hilfe von Wirbelschichtprozessen granuliert. Dabei kommt es darauf an, eine definierte Partikelgrößenverteilung in engen Grenzen zu erzielen (Abb. 5). Zur Steuerung und Überwachung der Batch-Prozesse, die mitunter nur kleine Chargen hochwertiger Produkte umfassen, wurden bei einem deutschen Hersteller Versuchsreihen an unterschiedlichen Granulieranlagen mit Füllmengen zwischen 5 und 300 kg durchgeführt.

Die Zielstellung bestand zum Einen darin, die Auswirkung von kritischen Prozessparametern, wie Sprührate, Luftmengendurchsatz, Sprühdruk und Schichttemperatur für verschiedene Produkte zu erfassen und andererseits die Batch-Granulierung im Produktionsprozess zu überwachen und die Einhaltung der Partikelgrößenverteilung zu dokumentieren. Die Prozesstransparenz soll erhöht werden, um diese Vorgänge besser beherrschen und in engen Grenzen steuern zu können und um die Voraussetzung für schrittweise weitere Automatisierung zu schaffen.

Zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilungen kamen die Messsonden IPP 50 und IPP 70 zum Einsatz. Als Zusatzgerät wurde ein In-line-Dispergierer D22 verwendet. Der Dispergierer ermöglicht es auch bei sehr hohen Partikelkonzentrationen zuverlässig und reproduzierbar zu messen. Auf Grund der Anordnung mehrerer ringförmiger Düsen werden die Partikel im



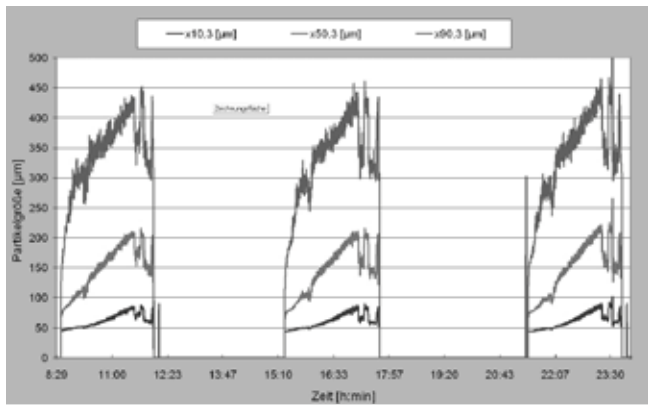


Abb. 5: Verlauf der Partikelgröße im Produktionszyklus mit drei aufeinander folgenden Chargen.

Messvolumen beschleunigt und der Partikelstrom durch Einblasung von Druckluft verdünnt. Um ein Verstopfen der Eintrittsdüse des Dispergierers zu verhindern, wird zusätzlich mit einem periodischen Druckluftimpuls entgegengesetzt zur Bewegungsrichtung der Partikel ein Spülstrom erzeugt.

Auch einem Vergleich mit der Laserbeugung hielt das System stand. So wurde das Partikelwachstum anhand der Merkmale  $x_{10}$ ,  $x_{50}$  und  $x_{90}$  während einer Batch-Granulierung von 5 kg Laktose mit einem Binder, der als Top-Spray eingesprüht wurde, dargestellt (Abb. 4). Das Ausgangsmaterial wurde von einer mittleren Partikelgröße von etwa 50 bis ca. 220  $\mu\text{m}$  aufgranuliert. Deutlich zu erkennen ist die Unterbrechung des Prozesses an drei Punkten zur Probenentnahme für eine vergleichende Offline-Messung. Die im Nachhinein durch Laserbeugung im Labor ermittelten Messwerte zeigen eine sehr gute Korrelation mit den In-line-Messwerten.

In einer Produktionslinie mit einem Granulierer mit 300 kg Aufgabemenge wurden ebenfalls Messreihen mit verschiedenen Produkten aufgenommen. Bei diesen Messungen stand die Reproduzierbarkeit der Messwerte zur Identifikation von Fehlchargen und zur Dokumentation des Prozesses im Vordergrund. Die Messsonde musste zwischen Chargen mit dem gleichem Produkt nicht gereinigt werden.

## Zusammenfassung

Die aufgezeigten Beispiele und die bisher vorliegenden Erfahrungen im industriellen Einsatz der vorgestellten Messsonden erlauben die Schlussfolgerung, dass die Vorteile der Inline-Partikelmessung zukünftig auch für eine Vielzahl von Wirbelschichtprozessen genutzt werden können. So lassen sich Batch-Prozesse erst durch Inline-Verfahren während der Laufzeit überwachen und protokollieren. Bei kontinuierlichen Prozessen entfällt die aufwändige Probennahme und Analyse, subjektive Einflüsse lassen sich ausschließen und auf das Prozessgeschehen kann unmittelbar reagiert werden. Off-Spec-Mengen können reduziert werden, aufwändige Nacharbeit entfällt bzw. wird reduziert und die Sicherheit bei der Herstellung sensibler Produkte wie Pharmaka wird weiter verbessert. Die Prozesstransparenz wird ebenso erhöht, was zu einem tieferen Prozessverständnis beiträgt und dadurch neue Konzepte zur Steuerung und Automatisierung dieser Prozesse ermöglicht. ■

Weiterführende Infos auf [www.PuA24.net](http://www.PuA24.net)

more @ click PAK60404