



# Prozesskontrolle in Echtzeit

## Kontinuierliche Bestimmung der Partikelgröße bei der Wirbelschichtgranulierung

Die Online-Messung produktspezifischer Daten während der Wirbelschichtgranulierung bietet gegenüber den klassischen Methoden der Probenahme und Laboranalyse wesentliche Vorteile. Während diskontinuierliche Probenahmen nur punktuelle Einblicke in den Prozess gestatten, ermöglicht die kontinuierliche Messung und die damit verbundene sofortige Verfügbarkeit der Ergebnisse eine erhöhte Transparenz und optimierte Prozessführung durch den unmittelbaren Zusammenhang von Messergebnis und Prozessgeschehen.

**Stefan Dietrich** Mit Hilfe von Wirbelschichtprozessen wird eine Vielzahl von Produkten der Branchen Pharma, Food sowie der Spezialchemie verarbeitet. Für die Weiterverarbeitung der produzierten Granulate spielt die Partikelgrößenverteilung oft eine entscheidende Rolle. Sie bestimmt unter anderem Fließ- und Trocknungsverhalten, Schüttdichte, Löslichkeit,

die Neigung zur Agglomeration und die Porosität. Um die Qualität des Endprodukts zu sichern, ist es wichtig, diese Produkteigenschaft schon während des Herstellungsprozesses zu überwachen und den Prozess bei sparsamem Einsatz aller Ressourcen optimal auf die gewünschte Partikelgröße auszurichten und zu betreiben. Darüber hinaus ist die Online-Messung pro-

duktspezifischer Daten eine wichtige Voraussetzung für zukünftige Konzepte zur automatischen Prozesssteuerung von Wirbelschichtprozessen. Das nachfolgend beschriebene In-line-Messsystem für Partikelgrößenverteilungen bietet diese Möglichkeiten.

Als Teil eines gemeinsamen Entwicklungsprojektes der Glatt Ingenieurtechnik GmbH, Weimar und der Parsum GmbH, Chemnitz wurde untersucht, wie die In-line-Partikelgrößenmessung unter verschiedenen Bedingungen in der Prozessüberwachung und -steuerung von Wirbelschichtprozessen eingesetzt werden kann.

### Sprühgranulationstrocknung in einer Wirbelschichtanlage

Als ein Anwendungsbeispiel wurde die Sprühgranulationstrocknung in einer Wirbelschichtanlage vom Typ Glatt AGT 150 untersucht. In dieser Anlage, die sowohl im kontinuierlichen als auch im Batchbetrieb gefahren werden kann, kommt es darauf an, ein enges Kornspektrum zu erzielen. Qualitätsschwankungen in der versprühten Lösungen, Sprühdrukänderungen und eine Reihe anderer Einflussfaktoren haben jedoch zur Folge, dass sich die Größe der Spraytröpfchen ändern und die Granulatbildung unterschiedlich beeinflussen kann. Es kommt dadurch zu Qualitätsabweichungen in der Granulatgröße. Dies schlägt sich in einem breiteren Kornspektrum nieder und ist mit klassischen Laborverfahren erst nach der Granulattrocknung feststellbar. Die Messbedingungen in der Wirbelschicht stellen eine zusätzliche Herausforderung gegenüber herkömmlichen Messstellen in z.B. Rohrleitungen oder bei frei fallenden Materialien dar.

Die Wirbelkammer des AGT 150 verfügt standardmäßig über 4 Flansche in 3 verschiedenen Höhen, die für den Einbau des Düseinsatzes für Bottom- als auch für Top-Spray-Prozesse vorgesehen sind. Diese Flansche bieten die Möglichkeit, ohne aufwändige Umbauarbeiten die Partikelsonde in 3 verschiedenen Messpositionen einzubauen. Die optimale Einbauposition ist von der Dichte und Höhe der Wirbelschicht abhängig. Als günstigste hat sich der Einbau der Sonde in etwa mittlerer Wirbelschichthöhe erwiesen, da dort eine gute Repräsentativität der Messung erzielt werden konnte. Weiterhin ist darauf zu achten, dass sich das Messvolumen nicht unmittelbar im Sprühkegel des Sprays befindet, um Anhaftungen an der Messoptik zu vermeiden. Während der Versuche wurden unterschiedliche Spülzellen und Dispergiereinsätze der Messsonde IPP 50-S getestet, die die Aufgabe haben, das Messvolumen in der mit viel Feinstaub beladenen, relativ feuchten Wirbelschicht durch einen kontinuierlichen oder gepulsten Luftstrom frei von Partikelablagerungen zu halten.

### Agglomeration von Laktose

Die Versuchsreihen wurden zuerst bei reiner Fluidisation, dann bei zusätzlicher Lufteindüsung, bei Versprühung von Wasser und schließlich bei Verdüsung von Bindemitteln oder artemeigenen Lösungen für die Agglomeration von Laktose durchgeführt.

Die Grafik S.53 zeigt die Messwerte eines Versuchs über 90 Minuten mit etwa 500 g Startfüllung aus feinem Laktose-Pulver (X50 unter 50 µm) und einer Laktose-Lösung als Binder. Insgesamt wurden ca. 2.000 g Lösung versprüht. Es wurde der Verlauf des X50-Wertes der Partikelgrößenverteilung sowie die mittlere Partikelgeschwindigkeit (V50) erfasst. Die Sonde war mit einem Dispergiereinsatz ausgerüstet, der die Parti-

kel im Messvolumen beschleunigt, um die anfangs sehr hohe Partikelkonzentration zu reduzieren. Die Sonde war im unteren Flansch 65 mm über dem Siebboden montiert.

Deutlich ist das Kornwachstum während der Suspensionsversprühung in der Wirbelschicht zu erkennen. Ab einer Korngröße von ca. 160 µm ist die anfänglich sehr hohe Anzahlkonzentration von feinen Partikeln im Messvolumen der Sonden soweit gesunken, dass der normale Arbeitsbereich erreicht wurde und die optische Auflösung von Einzelpartikeln sicher gegeben ist. Mit dem Anstieg der Partikelgröße vermindert sich gleichzeitig die mittlere Partikelgeschwindigkeit, da schwerere Partikel durch die Strömungsverhältnisse im Dispergiereinsatz der Sonde nicht so stark beschleunigt werden.

Etwa acht Minuten vor Beendigung des Granulierprozesses wurde das Produkt bei geringerer Zuluftmenge über den kontinuierlichen Austrag der Wirbelschicht entzogen. Gemessen werden jetzt nur noch Staubpartikel, die im Granulierer verwirbelt werden. Entsprechend steigt die Partikelgeschwindigkeit v50 wieder an.

Während der Granulierung wurden Proben entnommen und einer

späteren Siebanalyse unterzogen. Im Verlauf der wenigen Messpunkte ist deutlich der analoge Verlauf im Kornwachstum zu erkennen. Die insgesamt geringere Korngröße der Siebanalysen ist auf Effekte, wie Granulattrocknung, unterschiedliche Entnahme und Messposition sowie auf Unterschiede der Messprinzipien zurückzuführen. Dieser absolute Unterschied spielt für das Prozess-Monitoring keine signifikante Rolle da kein Verlust an prozessrelevanten Informationen auftritt. Zur besseren Vergleichbarkeit und aus Akzeptanzgründen kann durch eine softwareinterne Kalibrierfunktion eine Anpassung vorgenommen werden.

### In-line-Messprinzip

Die Messsonde IPP 50-S ist als Stabsonde ausgeführt. Sie besitzt keine beweglichen Elemente und muss nicht justiert werden. Sie kann über Flansche oder Standardverschraubungen in Rohrleitungen, Fallstrecken oder Behälter montiert werden. Der Ein- und Ausbau ist unkompliziert und kann ohne Demontage von Anlagenteilen auch im laufenden Betrieb erfolgen. Die Sonde ist unempfindlich gegen Vibrationen und leichte Stoßbelastung und kann im Temperaturbereich von -20 bis 100°C eingesetzt werden. Durch die interne Druckluftzuführung werden die optischen Saphirfenster mit einem permanenten Luft- oder Schutzgasstrom beaufschlagt.

Die Sonde arbeitet mit einem patentierten optischen Verfahren zur gleichzeitigen Messung von Geschwindigkeit und Größen-



In-line-Messsonde IPP 50-S an 2 Einbaupositionen unterschiedlicher Höhe an einem Granulierer vom Typ AGT 150



Wirbelkammer mit Bottom-Spray-Düse und 2 Sonden IPP 50-S in verschiedenen Einbaupositionen

### Messbedingungen in der Wirbelschicht

- n ungerichtete Bewegungen der Partikel
- n komplizierte Strömungsverhältnisse
- n teilweise hohe Feuchtigkeit und Temperaturen
- n teilweise Bildung größerer Agglomerate
- n gleichzeitiges Vorhandensein feiner Pulver und großer Partikel bei hoher Konzentration

verteilung bewegter Partikel. Dazu wird im Messvolumen an der Sondenspitze die Bewegung der Partikel von einem Laser auf die Empfangsoptik (faseroptisches Ortsfrequenzfilters) projiziert. Aus den frequenzkodierten optischen Signalen wird die individuelle Partikelgeschwindigkeit und Flugzeit eines Partikels ermittelt. Aus diesen beiden Messwerten ergibt sich bei Erfüllung bestimmter Koppelbedingungen direkt die Größe der Partikel in Bewegungsrichtung (Sehnenlängenmessung). Durch Messraten bis ca. 4.000 Einzelpartikel pro Sekunde (prozessabhängig) kann über einen Ringspeicher eine gleitende Partikelgrößenverteilung erzeugt werden. Alle Einstellungen werden in der Messsoftware vorgenommen.

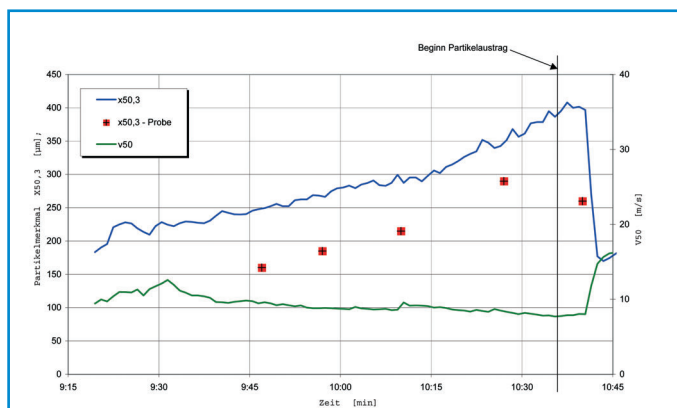
### Nutzen der In-line-Partikelmessung

Die Versuche konnten die Eignung des Messverfahrens und der Messsonde IPP 50-S für den Einsatz unmittelbar in Wirbelschichtprozessen nachweisen. Zur Anpassung wurde eine spezielle In-line-

Dispergiereinrichtung als Zusatzteil zur Standardsonde entwickelt.

Die In-line-Messung ermöglicht eine Prozesskontrolle in Echtzeit, während diskontinuierliche Laboranalysen nur die nachträgliche Prozessbewertung erlauben. Es können Trends in der laufenden Produktion sofort durch Visualisierung auf dem Bildschirmen erkannt werden. Die direkte Messung in der Wirbelschicht oder bei kontinuierlichem Betrieb am Granulataustrag ermöglicht es, bei Abweichung von der Sollkorngröße Maßnahmen, wie z.B. die Veränderung des Sprühdruks und der versprühten Menge, Anpassung des Luftdurchsatzes oder Änderung der Prozesstemperatur, automatisch einzuleiten. Damit besteht die Möglichkeit, automatisierte Prozesse zu realisieren, indem die Partikelgrößenmessung in neue Konzepte der Prozesssteuerung bzw. in Assistenzsysteme zur Unterstützung des Anlagenbedieners einbezogen wird.

**Stefan Dietrich · Parsum GmbH**  
**Annaberger Straße 240**  
**09125 Chemnitz**  
**Tel.: 0371/5347-328 · Fax: 5347-327**  
**die@parsum.de**



Verlauf von Partikelgröße und -geschwindigkeit bei der Granulierung von Lactose