

Auf's Korn genommen

In-line-Partikelmessung in Wirbelschichtprozessen

Die Online-Partikelcharakterisierung bei Wirbelschichtprozessen ist zunehmend nicht nur für die Prozessüberwachung interessant, sondern ist zugleich ein wichtiges Element für zukünftige Konzepte zur automatischen Prozesssteuerung. Ermöglicht wird das durch Einsatz des in diesem Beitrag beschriebenen Messsystems zur In-line-Partikelmessung.

DR.-ING. GÜNTER ECKARDT UND DR. HARALD UNTENECKER

Bei Pulvern und Granulaten im Pharmabereich ist die Kenntnis der Partikelgrößenverteilung eine wichtige Kenngröße. Sie gibt Auskunft über Produkteigenschaften, wie Fließverhalten, Dosierbarkeit und Löslichkeit usw. Durch erhöhte Qualitätsanforderungen und steigenden Kostendruck gewann deshalb in jüngster Vergangenheit die Partikelgrößenmessung als In-line-Messung an Bedeutung, weil so nicht nur prozess-, sondern auch produktbezogene Parameter gewonnen werden können. Eine Applikation mit besonderen Anforderungen ist dabei die Batch-Wirbelschichtgranulation.

Bei Wirbelschichtanlagen wird für die Prozessüberwachung der Partikelgrößenverteilung hauptsächlich die diskontinuierliche Probenahme mit anschließender Laboranalyse verwendet. Die Analysener-

G. Eckardt ist Technischer Geschäftsführer der Parsum GmbH in Chemnitz, H. Untenecker ist Laborleiter in der Zentralen Forschungsanalytik der Merck KGaA in Darmstadt.

In-line-Partikelgrößenmessung in einem Batch-Wirbelschichtgranulierer mit der Sonde IPP 50-Se

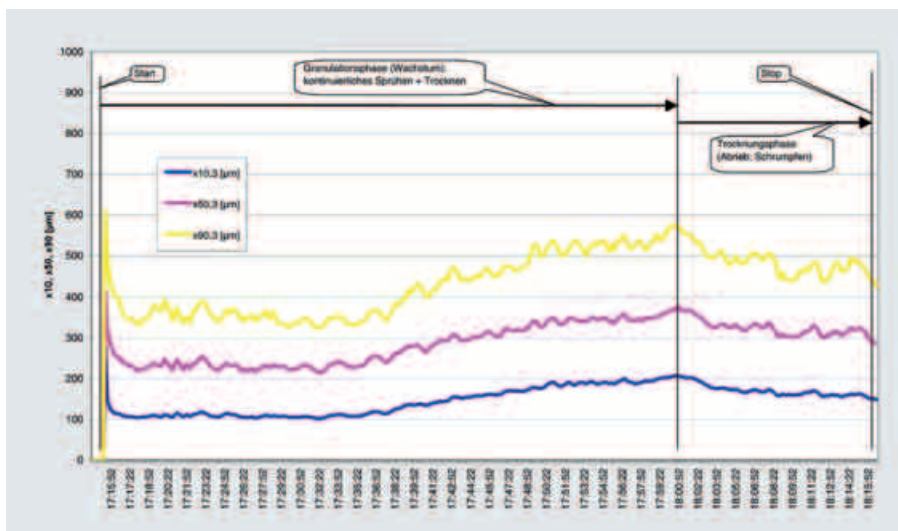
gebnisse liegen aber meist erst nach dem Prozessende vor, so dass Trends nicht rechtzeitig erkannt werden, um den Granulationsprozess optimal zu führen. Bei instationären Prozessen, wie der Batch-Wirbelschichtgranulation, verschärft sich dieses Problem. Eine kontinuierliche Echtzeitmessung direkt in der Wirbelschicht würde es hingegen ermöglichen, den laufenden Batch-Prozess so abzubilden, dass lückenlos Wachstums- bzw. Zerfallsprozesse des Granulates erfasst wer-

den und damit Grundlagen für die Steuerung liefern.

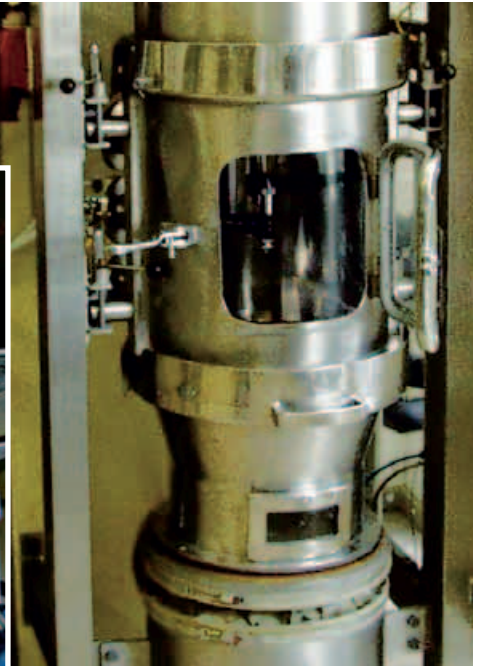
Granulatwachstum überwacht

In Kooperation zwischen dem Pharmaproduzenten Merck und Parsum wurden Testreihen zur Online-Überwachung des Partikelwachstums in einem Batch-Wirbelschichtgranulierer durchgeführt. Merck hatte sich zum Ziel gesetzt, diesen Prozess für Optimierungen intensiv zu untersuchen, und verwendete dazu eine optoelektronische In-line-Partikelgrößensonde IPP 50-Se mit Mess-PC von Parsum. Dieses Messsystem bewies bereits zuvor bei anderen Anlagen im gerichteten Partikelfallstrom seine Messqualität zur Prozessüberwachung bzw. -steuerung, z.B. nach kontinuierlichen Wirbelschichtgranulieren und Wirbelschichttrocknern, aber auch nach Sprühtürmen, Mühlen und Sieben. Die Positionierung der Partikelsonde direkt in der Wirbelschicht mit chaotischer Partikelströmung war hierbei eine neue Herausforderung. Die Messung sollte trotz unterschiedlicher Dichte und Größenverteilungen der Partikel in den verschiedenen Schichthöhen des Wirbelbettes repräsentativ sein. Außerdem muss das Sondenmessvolumen gegen Verschmutzung und Verkle-

Trend der Partikelgrößenmerkmale x_{10} , x_{50} , x_{90} während eines Batch-Granulierprozesses in einem Wirbelschicht-Granulierer. Produkt: Lactose; Bindemittel: Hydroxymethylcellulose



Bilder: Parsum



bung trotz des direkten Einsatzes in der mit viel Feinstaub beladenen, relativ feuchten Wirbelschicht gesichert sein.

Die Versuche wurden an Lactose mit Hydroxymethylcellulose als Binder zur Bildung sphärischer Granulate durchgeführt. Als Anlage stand ein WSG5-Granulierer von Glatt zur Verfügung. Das Betriebsregime bei den Tests - ca. 5 Minuten Anwärmphase, gefolgt von ca. 50 Minuten Sprühphase und ca. 25 Minuten Trocknungsphase - blieb annähernd gleich.

Als Ergebnis der Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass bei einer mittleren Messposition der Sonde zwischen dem untersten und mittleren Drittel der Wirbelschichthöhe und ohne direkte Besprühung der Sonde mit Bindemittel die Repräsentativität der Messung erreicht werden konnte. Die Grafik auf Seite 72 zeigt ein exemplarisches Messergebnis der Tests, bei dem die Partikelgrößenzunahme

und -abnahme des Granulates während der Sprüh- bzw. Trocknungsphase sehr gut beobachtet wurde. Gleichzeitig wird die Möglichkeit verdeutlicht, diesen instationären Prozess direkt mit produkt-

bezogenen Kenngrößen der aktuellen Partikelgrößenverteilung - dem Medianwert x_{50} und den Streuwerten x_{10} , x_{90} - zu überwachen. Die Zeitverläufe dieser Merkmale charakterisieren die Partikelgrößenverteilung im jeweiligen Prozessabschnitt.

Messverfahren und -system

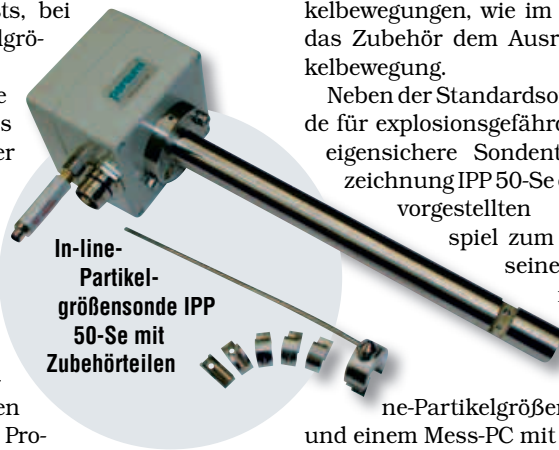
Das optische Messverfahren beruht auf der synchronen Ermittlung von Geschwindigkeit und Größe strömender Einzelpartikel durch das Messvolumen der Sonde. Im Messvolumen werden die Partikel beleuchtet und ihr Abbild von einem Lichtwellenleiter-Sensor erfasst. Zur Größenbestimmung werden von den Partikelabbildungen Sehnenlängen x [μm] ermittelt, diese klassiert und dann aktuelle Partikel-Volumenverteilungen $q_3(x,t)$, $Q_3(x,t)$ errechnet. Hieraus leiten sich schließlich charakteristische Verteilungsmerkmale zur Beobachtung oder Steuerung der Partikelgröße im Prozess ab. Verschiedene Ergebnisdarstellungen ermöglichen dem Anlagenfahrer eine Vergleichbarkeit mit probenehmenden Analyseverfahren, z.B. Sieb oder Laserbeugung. Weitere Prozessinformationen, z.B. Strö-

mungsgeschwindigkeit, Partikelkonzentration und Massendurchsatz sind mit dem Messverfahren ebenfalls online bestimmbar.

Die In-line-Sonden IPP 50 sind in Edelstahl (316-L) mit verschleißfesten Saphirfenstern ausgeführt und erfassen Partikelgrößen von 50...4000 μm bei Strömungsgeschwindigkeiten von 0,01...50 m/s und Prozesstemperaturen von -20...+100 °C. Eine interne Druckluftleitung in den Sonden ermöglicht in Kombination mit verschiedenen Zubehörteilen, wie Spülzellen und Dispergierer, die Anpassung an verschiedenste Prozess- und Produkteigenschaften. Neben der Reinhaltung der Optik dient das Zubehör insbesondere der Partikelzuführung zum Messvolumen. Sind hohe Partikelbelastungen vorhanden, wird mittels Dispergierer bis in den messbaren Bereich verdünnt. Bei chaotischen Partikelbewegungen, wie im Wirbelbett, dient das Zubehör dem Ausrichten der Partikelbewegung.

Neben der Standardsonde IPP 50-S wurde für explosionsgefährdete Prozesse der eigensichere Sondentyp mit der Bezeichnung IPP 50-Se entwickelt, der im vorgestellten Applikationsbeispiel zum Einsatz kam. In seiner Grundkonfiguration besteht das Messsystem aus der patentierten In-line-Partikelgrößensonde IPP 50 und einem Mess-PC mit Software, die unter Windows läuft. Die Partikelinformationen von maximal vier Sonden IPP 50 können von einem bis zu 200 m entfernten PC weiterverarbeitet werden. Die charakteristischen Kennwerte der aktuellen Partikelgrößenverteilung sind dann als 4...20 mA-Stromsignale an das Prozessleitsystem übertragbar. Ebenso existiert eine RS-485-Schnittstelle zur Übertragung weiterer Messergebnisse über größere Entfernungen für Analyseaufgaben.

Ausblick: Die Kenntnis von aktuellen Betriebsparametern des dynamischen Granulierprozesses verbunden mit den Partikelgrößen-Trendinformationen wird es zukünftig erlauben, die Anlagen gezielt zu steuern und somit näher am Optimum zu betreiben. ■



Weitere Informationen:

www.process.de



InfoClick

147595

• Mehr zur In-Line-Partikelmessung



Fax: +49 (03 71) 53 47 - 3 27