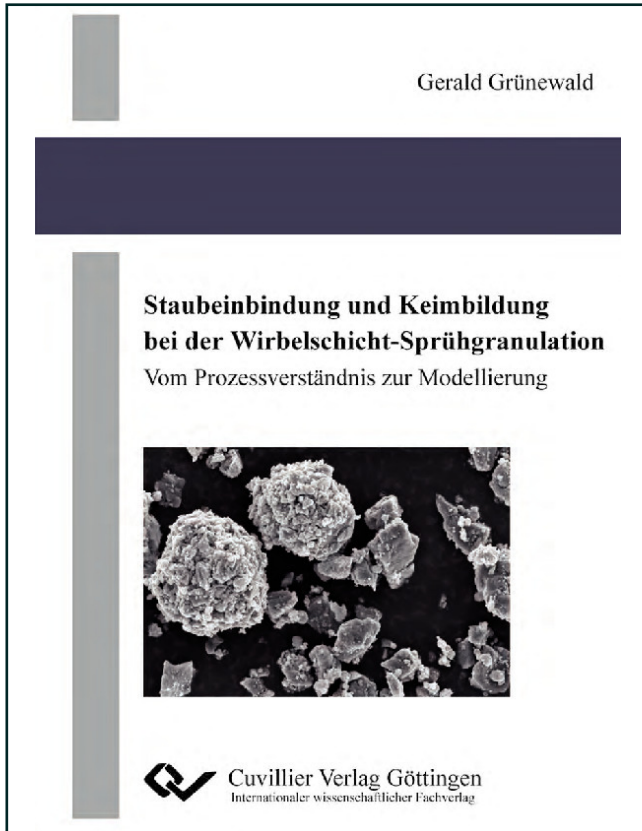




Gerald Grünewald (Autor)
**Staubeinbindung und Keimbildung bei der
Wirbelschicht-Sprühgranulation**
Vom Prozessverständnis zur Modellierung



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/375>

Copyright:
Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentzsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany
Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

1 Einleitung

Das Forschungs- und Optimierungspotential im Bereich der Feststoffverfahrenstechnik wird dadurch deutlich, dass weit mehr als die Hälfte aller Produkte der Verfahrenstechnik Feststoffe sind – mit steigender Tendenz (Wintermantel, 1999). Dies spiegelt sich auch in dem kontinuierlich steigenden Markt für Trocknungsanlagen wieder (VDMA, 2007). Eine Vielzahl der Produkte der chemischen, der pharmazeutischen und der Lebensmittelindustrie werden als Feststoffe gehandelt. Ein erheblicher Anteil davon wird wiederum als Pulver oder Granulat formuliert. Eine zur Beantragung eines regionalen Wachstumskerns auf dem Gebiet der Wirbelschichttechnik 2004 durchgeführte Marktstudie ergab einen geschätzten Umsatz in Europa von etwa 11 Mrd. € mit Wirbelschichtgranulaten für die pharmazeutische, chemische und die Lebensmittelindustrie. Das erwartete Marktwachstum wurde mit etwa 5% beziffert. Dieser Wert ist möglicherweise aufgrund der schwer zu quantifizierenden, aber zunehmenden Tendenz, Flüssigprodukte durch Granulate zu ersetzen, noch deutlich höher.

Feststoffe haben aufgrund ihrer dispersen Größen im Vergleich zu Flüssigkeiten eine ganze Reihe zusätzlicher Eigenschaften, die bei der Herstellung eingestellt werden und verkaufsentscheidend sein können. Dies sind zum einen die Handhabungseigenschaften wie Abriebs- und Bruchfestigkeit, Staubarmut, geringe Verbackungsneigung oder gute Fließfähigkeit und zum anderen die anwendungstechnischen Eigenschaften wie eine gute Redispersierbarkeit, eine bestimmte Freisetzungskinetik von Wirkstoffen oder eine definierte spezifische Oberfläche. Diese Produkteigenschaften werden durch disperse Größen, wie beispielsweise die Partikelgrößenverteilung, die Porosität, die Restfeuchte, die Benetzbarkeit, die Morphologie oder die Kristallinität bestimmt. Insbesondere die Partikelgrößenverteilung hat einen Einfluss auf viele der Produkteigenschaften und ist daher bei Verkaufsprodukten häufig spezifiziert.

Wenn hohe Anforderungen an die Formulierungen gestellt werden und die Einsatzstoffe als feststoffhaltige, versprühbare Flüssigkeiten vorliegen, bietet die Wirbelschichtgranulation Vorteile gegenüber anderen Formulierungsverfahren. Bei dem Prozess werden im Sinne der Prozessintensivierung oder –integration die Feststoffbildung, die -formulierung zu grobkörnigen Granulaten und die Trocknung in einem Apparat vereint. Die Produkte sind üblicherweise verkaufsfertig, und es werden keine weiteren Prozessschritte mehr benötigt. Die feststoffhaltige Flüssigkeit kann dabei als Lösung, Suspension, Emulsion oder auch Schmelze vorliegen.

Industriell wird das Verfahren bereits für verschiedene Güter wie beispielsweise Pflanzenschutzformulierungen, Düngemittel, Waschmittel, Pharmahilfsstoffe und Lebensmittelzusatzstoffe eingesetzt. Trotz der besseren Produkteigenschaften und der damit erzielbaren höheren Preise am Markt kann sich die Sprühgranulation nur schwer gegen andere Verfahren wie beispielsweise Sprühtrocknung durchsetzen. Dies ist auf die höheren spezifischen Herstellkosten, oft aber auch auf das höhere Verfahrensrisiko zurückzuführen. Aufgrund der Komplexität des Prozesses sind die Verfahrensaus-

arbeitung und das scale-up zur Produktionsanlage deutlich aufwändiger als bei vergleichbaren Pulverformulierungsverfahren.

Trotz der weiten Verbreitung und Anwendung von Prozessen zur Feststoffherzeugung, zu denen auch die Wirbelschicht-Sprühgranulation gehört, basiert Auslegung und Betrieb eher auf Erfahrung und experimenteller Ausarbeitung des Prozesses mit entsprechend vielen Versuchsreihen als auf methodischer Vorgehensweise und Berechnung. Oft fehlt schon das Detailverständnis der Mechanismen, was die Grundvoraussetzung für eine gezielte Vorgehensweise oder gar Prozessmodellierung und optimale Prozesssteuerung ist. Die sich daraus ergebenden Fragestellungen für die Partikeltechnologie sind die experimentelle Mechanismusaufklärung, die Bestimmung der Kinetiken von Partikelentstehung und -wachstum, die umfassende Ermittlung von Partikeleigenschaften und die Prozessmodellierung und -simulation unter Berücksichtigung des Zusammenhangs von Partikel- und Produkteigenschaften.

Zum Verständnis des Prozesses ist es notwendig, sich intensiv mit den Wechselwirkungen der kontinuierlichen und verschiedenen dispersen Phasen auseinanderzusetzen. Hierzu gehören die Fluidodynamik im Apparat, der Wärme- und Stoffaustausch zwischen den Phasen und die mechanischen Vorgänge wie Kornaufbau und -zerstörung.

Der beispielhafte Aufbau einer Sprühgranulationsanlage ist in Abb. 1.1 dargestellt.

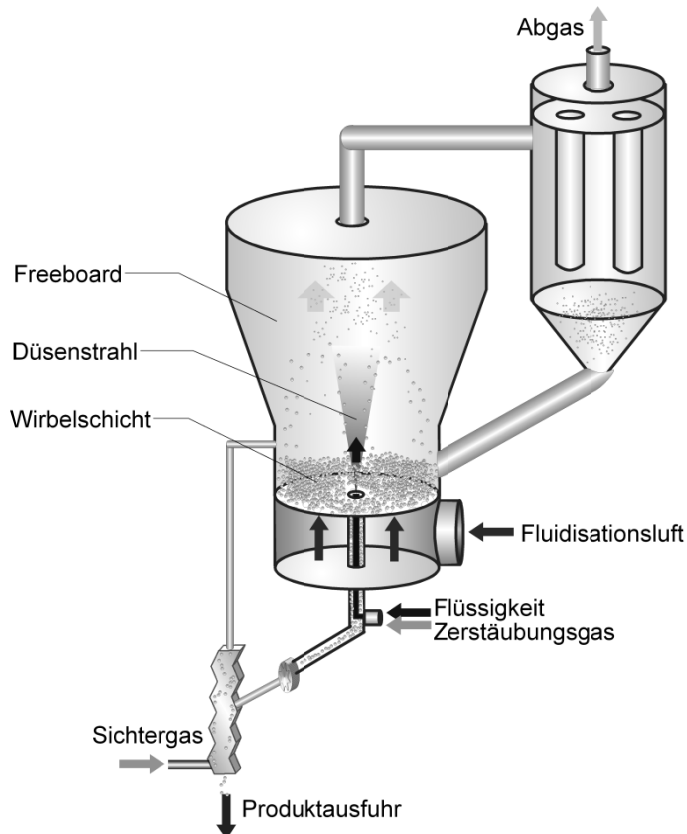


Abb. 1.1: Beispielhafter Aufbau einer Wirbelschichtgranulationsanlage mit externem Filter und klassierender Produktausfuhr

Die feststoffhaltige Flüssigkeit wird üblicherweise mit Zweistoffdüsen in eine Wirbelschicht aus Partikeln eingesprüht, welche von vorgeheiztem Gas in fluidisiertem

Zustand gehalten wird. Die Sprühtropfen werden auf den Partikeln abgeschieden und das Lösungsmittel verdampft in den Gasstrom. Der Feststoff bleibt auf den Partikeln zurück und führt zu einer Durchmesserergrößerung. Durch die vielfache Zirkulation der Granulate durch den Düsenstrahl und Wiederholung dieses Vorganges wachsen die Partikel Schicht für Schicht auf den Zieldurchmesser an (Layering) und werden dann aus dem Prozess ausgeschleust. Wenn die Ausfuhr klassierend erfolgt, kann die Größenverteilung der Produktgranulate gezielt eingestellt werden. Der im Prozess entstehende Staub wird abgeschieden und üblicherweise zurückgeführt, wo er zur Bildung neuer Partikel oder durch Einbindung an wachsende Granulate verwertet wird.

Das komplexe Zusammenspiel der verschiedenen Mechanismen wird bei genauer Betrachtung deutlich (vgl. Abb. 1.2). Im Prozess entsteht Staub durch Abrieb von Granulaten und nicht auf Partikeln abgeschiedenen, getrockneten Sprühtropfen (overspray). Der Staub wird mit der Fluidisationsluft aus dem Granulatorraum in den Filter oder Zyklon ausgetragen und in die Wirbelschicht zurückgeführt. Dort bilden die Staubpartikel kleine Agglomerate (Mikroagglomeration). Diese wachsen weiter und erreichen schließlich eine Größe, ab der sie in die Wirbelschichtpopulation übergehen (Kernbildung). Je nach Prozessführung werden Kerne auch extern zugeführt, wobei hierzu üblicherweise gemahlenes Überkorn und teilweise sogar gemahlene Nutzfraktion verwendet wird. Die Kerne wachsen durch die oben beschriebene Zirkulation durch die Düsenzone und vielfache Abscheidung von Sprühtropfen sowie anschließende Trocknung zu Produktgranulaten heran (Aufbaugranulation). Je nach Prozessbedingungen können feuchte Granulate miteinander kollidieren und in Abhängigkeit des Verhältnisses von haftenden zu trennenden Kräften Agglomerate bilden (Makroagglomeration). Aufgrund der mechanischen Beanspruchung in der Wirbelschicht durch Stöße miteinander und mit den Wänden können Granulate aufgrund der mechanischen Beanspruchung zerstört werden (Bruch).

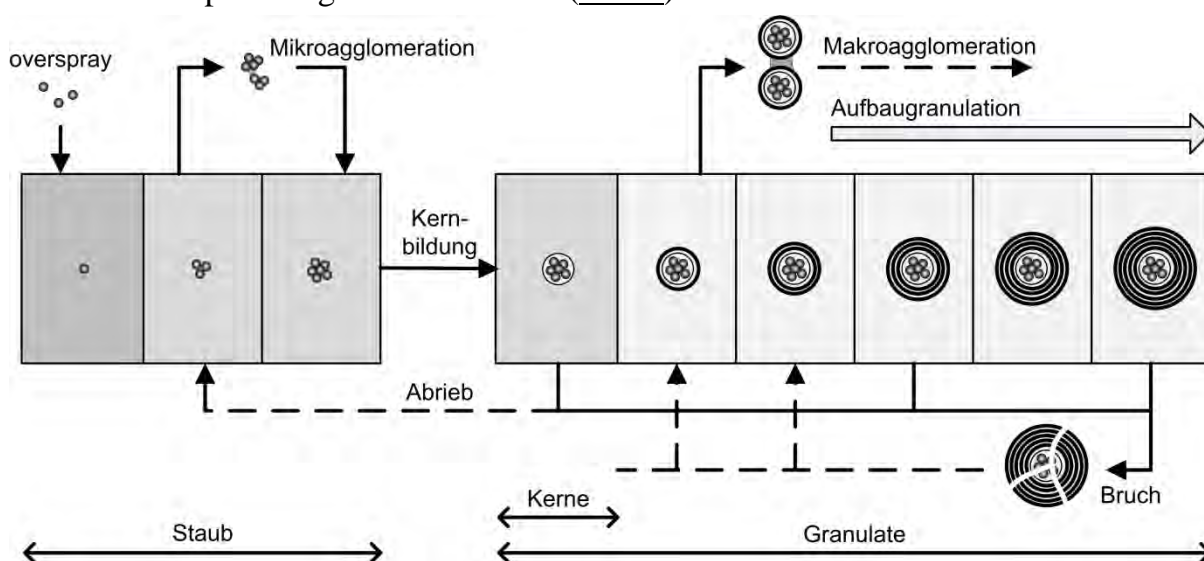


Abb. 1.2: Partikelentstehung, -wachstum und -zerkleinerung bei der Wirbelschichtgranulation (Zank, 2003)

Alle genannten Mechanismen beeinflussen den Prozess und die damit hergestellten Produktgranulate. Aus Abb. 1.2 wird deutlich, dass die Mechanismen vielfältig miteinander gekoppelt sind und sich gegenseitig beeinflussen, was bei ihrer Untersuchung berücksichtigt werden muss. Zudem zeigt dies die Notwendigkeit einer genauen Kenntnis aller Mechanismen für ein umfassendes Prozessverständnis und eine vollständige Beschreibung des Prozesses.

Bei der apparativen Umsetzung des Prozesses gibt es zahlreiche Varianten. So kann der Wirbelschichtgranulator selbst als durchmischtes Rundbett oder auch als rechteckiges Fließbett mit verschiedenen Zonen ausgeführt sein. Die Abscheidung des im Prozess entstehenden Staubes kann sowohl außen- als auch innenliegend durch Zykclone oder abreinigbare Filter geschehen. Die dabei realisierte Art der Rückführung des Staubes in den Prozess hat einen entscheidenden Einfluss. Für die klassierende Produktausfuhr werden Sichter oder auch Siebe eingesetzt. Üblicherweise wird das Feingut zurückgeführt und eventuell anfallendes Grobgut gemahlen und als Kernmaterial verwendet. Im Granulatorraum kann die Flüssigkeitseindüsung von unten, von oben oder von der Seite mit getauchten Düsen erfolgen. Dabei kann bei sogenannten flachen Wirbelschichten mit niedriger Höhe und der Eindüsung von unten, was auch im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurde, der Düsenstrahl das Wirbelbett durchdringen. Dies hat eine charakteristische Partikelbewegung im Granulatorraum zur Folge. Andere Verfahrensvarianten verwenden hohe Wirbelschichten, bei denen die Höhe in ähnlicher Größenordnung wie die horizontale Ausdehnung liegt. Diese Wirbelschichten verhalten sich aufgrund des großen Inhaltes und der daraus folgenden langen Verweilzeit der Partikel entsprechend träger. Auch das regenartige Besprühen der Partikel mit oberhalb der Wirbelschicht befindlichen Düsen wird für bestimmte Anwendungen, zum Beispiel zur Herstellung poröser, leicht redispersierbarer Partikel, verwendet. Allen Verfahrensvarianten liegen im Prinzip die gleichen Mechanismen zugrunde, jedoch in unterschiedlicher Ausprägung.

Die oben beschriebene Rückführung des Staubes ist in der industriellen Praxis zwar üblich, wird jedoch eher zufällig anhand baulicher bzw. technischer Gegebenheiten oder analog zu bereits gebauten Anlagen realisiert. Aufgrund des fehlenden Prozessverständnisses wird die Staubrückführung nicht gezielt zur Prozesssteuerung eingesetzt und führt sowohl bei existierenden Anlagen als auch bei neuen Produkten immer wieder zu erheblichen Problemen. Auch die Prozessbeschreibung und -modellierung war bisher aufgrund mangelnder Kenntnisse über die Mechanismen zur Verwertung des Staubes nur mit erheblichen Vereinfachungen möglich. Die grundlegende Arbeitshypothese für die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen ist, dass die Entstehung neuer Partikel aus rückgeführtem Staub und die Verwertung überschüssigen Staubes durch Einbindung an wachsende Granulate einen wesentlichen Einfluss auf den Prozessverlauf haben. Ohne ein detailliertes Verständnis dieser Mechanismen ist die Beschreibung des kontinuierlichen Prozesses in allgemeiner Form nicht möglich und bleibt auf ausgewählte Spezialfälle, wie beispielsweise sehr gut granulierende Produkte mit geringer Staubbildung, beschränkt.