

Korn für Korn

Dispergierung bestimmt die Partikelgrößenanalyse

Stephan Röthele, Manfred Puckhaber

Zur Analyse der Partikelgrößenverteilung stehen heute leistungsfähige Methoden zur Verfügung. Neben der Ultraschallextinktion zur Vermessung hochkonzentrierter Suspensionen und Emulsionen direkt im Prozess hat die Laserbeugung ihre Qualitäten im Labor und auch im industriellen Einsatz unter Beweis gestellt. Für ein exaktes Messergebnis ist hier die Dispergierung der Probe entscheidend.

Alle Messmethoden können die Partikel nur so erkennen, wie diese als detektierbares Messsignal in der Messzone erscheinen. Nicht dispergierte Agglomerate beispielsweise führen zu Fehlmessungen, die unvermeidlich eine gröbere Primärpartikelverteilung anzeigen. Veränderungen am feinen Ende treten auf, wenn bei der Nassdispergierung Lösungseffekte überlagert sind oder durch fehlende Dispergierkräfte bei der Trockenanalyse Restagglomerate übrig bleiben.

Der klassische Aufbau der Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung führt die dispergierten Partikel vor der Fourierlinse durch den parallelen Laserstrahl. Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung zeichnet sich durch Schnelligkeit, universelle Einsetzbarkeit, breiten Messbereich und hohe Reproduzierbarkeiten mit Abweichungen von weniger als 1% aus. Da durch das Prinzip der Fourier-Optik die Breite der Messzone beliebig ausgedehnt sein kann, sind in solchen Messgeräten verschiedenste Dispergiermodule einsetzbar.

Repräsentative Probennahme

Mit einem Probenkoppler oder einem echten Inline-System kann die Probennahme als erster Schritt automatisiert werden. Bei der Entnahme der Probe mit Twister beispielsweise, wird nur soviel Produkt abgezogen, wie für die Analyse gebraucht wird. Auf einer Spiralbahn wird das Entnahmerohr über den gesamten Prozessrohrquerschnitt geführt. Integriert über einen vollständigen Umlauf ergibt die Analyse der entnommenen Probe ein exaktes Bild des prozessrelevanten Partikelkollektivs. Ver-

schleißaspekte sind minimiert, da nur während der Messfrequenzen die Probenahme der Strömung ausgesetzt ist. Zwischen den aktiven Messphasen wird in der geschützten Parkposition die Auswertzeit zur Reinigung, Spülung und für Referenzmessungen genutzt.

Leistungsfähige Trockendispergierung

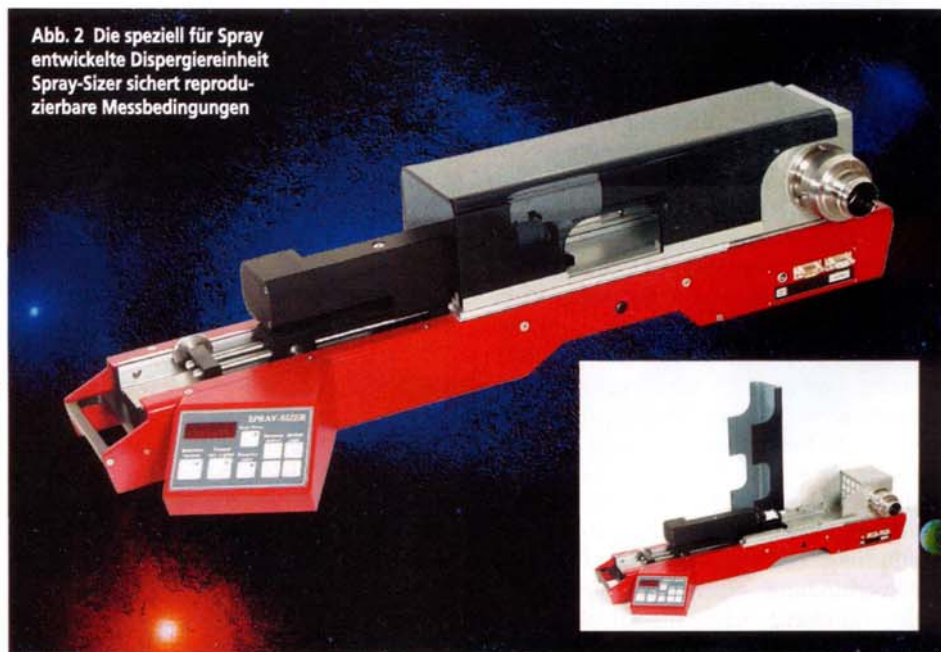
Nach der Probennahme ist die Dispergierung der Probe der zweite Schritt zur zuverlässigen und reproduzierbaren Partikelgrößenanalyse. Helos bietet mit verschiedenen Dispergiermodulen vollautomatisierte Partikelgrößenanalyse von unterschiedlichsten Proben einschließlich Referenzmessung, Probenzuführung, automatischer Messauslösung, Auswertung, Spülung und Reinigungszyklus für den Offline-Einsatz im Labor ebenso wie at- und online. Rodos/M ist das kompakte Trockendispergiermodul für den Helos Laserbeugungssensor. Eine kontrollierte Kombination von Scherkräften, Partikel-

Partikel- und Partikel-Wand-Kollisionen werden zur reproduzierbaren Dispergierung trockener Pulver eingesetzt. Das Dispergiermodul (Abb. 1) ist vollständig in die Messzone des Helos integriert und automatisiert die Handhabung in allen Betriebsvarianten. Das Anwendungsspektrum umfasst den Größenbereich von 0,1 bis 3500 µm. Ein Mikromengendosierer erschließt dazu die Messung auch kleinster Probenmengen bis in den Mikrogrammbereich mit der Sniffer-Technologie im Millisekunden-Messtakt. Der beladungsunabhängige, intelligente Schwingrinnendosierer Vibri dient dem Zuführen der trockenen Probe in das Dispergiermodul. Der beschleunigte Aerosolfreistrahler wird durch die gekapselte Messzone geführt, abgesaugt und sicher entsorgt. Die komplette Parametereinstellung des Dispergiergerätes einschließlich Vordruck, Absaugung



Abb. 1 Das Dispergiermodul Rodos/M ist vollständig in die Messzone des Helos integriert und automatisiert die Handhabung in allen Betriebsvarianten

Abb. 2 Die speziell für Spray entwickelte Dispergierereinheit Spray-Sizer sichert reproduzierbare Messbedingungen



und Ausrichtung des Injektors erfolgt über die Windox-Bediensoftware. Rodos/M kommt für Off-, At- und Online-Anwendungen bei pharmazeutischen Produkten ebenso wie für Zement, Metallpulver, Nahrungsmittel, Mineralstoffe, Pulverlacke und entsprechend anspruchsvolle trockene Pulver zum Einsatz.

Analyse von Sprays

Besondere Anforderungen an ein Messinstrument stellt die Partikelgrößenanalyse von Sprays und Aerosolen. Bei den speziell für Spray und Inhalerpulver entwickelten Dispergiereinheiten Spray-Sizer (Abb. 2) und Inhaler-Adapter sichert die automatische Auslösung mit den einstellbaren Parametern Geschwindigkeit, Beschleunigung und Weglänge reproduzierbare Messbedingungen. So lassen sich Messergebnisse ab $0,5 \mu\text{m}$ bis in den Millimeterbereich hinsichtlich der sprayspezifischen Parameter wie Zusammensetzung und Düsenform eindeutig interpretieren. Mit einer Analysenfrequenz von 2000 Messungen je Sekunde werden kleinste zeitliche Veränderungen im Sprayausstoß auch unterhalb von einer halben Millisekunde erfasst.

Dispergierung von Suspensionen

In Suspensionen werden vor allem die Dispergiemechanismen von Flüssigkeiten genutzt. Für viele adhäsive Proben wird zusätzlich über Ultraschall Dispergierenergie zugeführt. Außerdem kommen in Wasser oft Tenside wie Natriumpyrophosphat als oberflächenspannungsreduzierende Additive zum Einsatz. Dazu wird gerührt und umgepumpt. Das automatische Dispergiemodul Quixel (Abb. 3) ermöglicht eine schnelle Partikelgrößenanalyse von Suspensionen und Emulsionen. Der Behälterbereich des Quixel und die kurze schlauchlose Rohrverbindung zur Küvette sind vollständig aus Edelstahl gefertigt und besitzen eine variable Füllmenge von 250 bis 1000 ml. Der regelbare Ultraschallgenerator und die Zentrifugalpumpe erlauben eine kontrollierte Dispergierung von Partikeln zwischen $0,1$ und $3500 \mu\text{m}$. Um beispielweise Analysen bei unterschiedlichen Temperaturniveaus zu ermöglichen ist eine thermostatregulierte Heizung verfügbar.

Hochkonzentrierte Suspensionen und Emulsionen

Für die Inline-Partikelgrößenanalyse von Suspensionen und Emulsionen, denen aufgrund ihrer Konzentration nur mit Verdünnung beizukommen wäre, lässt sich



Abb. 3 Das automatische Dispergiemodul Quixel ermöglicht eine schnelle Partikelgrößenanalyse von Suspensionen und Emulsionen

anstelle des Laserbeugungssensor die Ultraschallextinktionssonde Opus einsetzen (Abb. 4). Verschiedene Adapter integrieren das Messsystem in Prozessleitungen und Behälter, um Prozesse wie Polymerisation, Kristallisation und Mahlungen zu überwachen. Produktberührte Materialien sind dabei Edelstahl, Duran und Kalrez. Bei der hohen Konzentration und höheren Viskosität des flüssigen Transportmediums kann durch Integration der Sonde an einer turbulenten Position auf gesonderte Probenahme verzichtet werden. Da die Ultraschallextinktion in der Lage ist, lose Agglomerate aufzulösen, ist keine zusätzliche Dispergierung erforderlich. Ein Dämpfungsspektrum verschiedener Ultraschallfrequenzen wird aufgenommen und mit

einer materialabhängigen Extinktionsfunktion ausgewertet. Die Sonde eignet sich für Prozessanwendung bei Temperaturen bis $120 \text{ }^\circ\text{C}$, Drücken bis 40 bar und Partikelkollektiven von $0,01$ bis $3000 \mu\text{m}$.

Vollständig automatisiert

Bei beiden Verfahren ist im Labor ebenso wie im Prozess der Messablauf vollständig vom Computer über die benutzerfreundliche Menü-Technologie der Windox-Bediensoftware zu steuern. Die datenbankbasierte Software ermöglicht auch unerfahrenen Benutzern mit Standard Operating Procedures (SOP) Routinemessungen, ohne jedoch die Einstellmöglichkeiten einzuschränken. Die umfassenden Statistiken und grafischen Darstellungsmöglichkeiten zeigen die jeweils interessantesten Probencharakteristika.

► cav 230

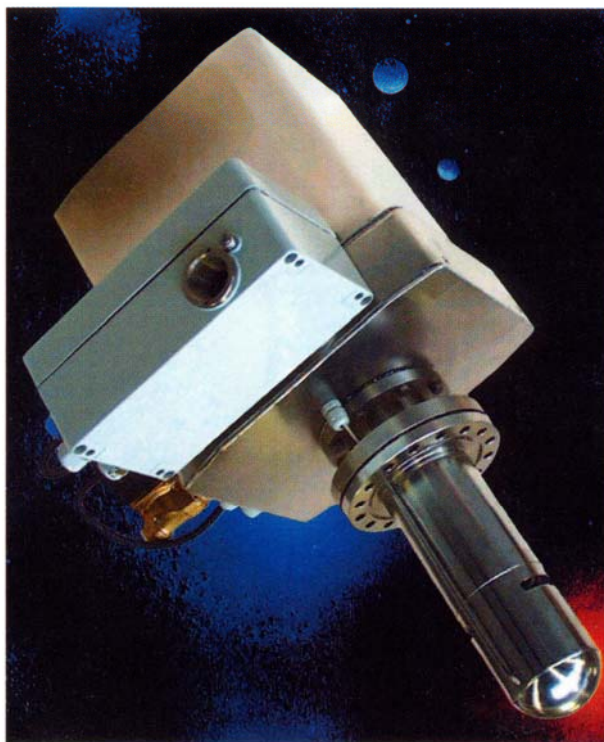


Abb. 4 Die Inline-Partikelgrößenanalyse von hochkonzentrierten Suspensionen und Emulsionen erfolgt mit der Ultraschall-extinktionssonde Opus