

Abschlussbericht

Beschichtung feindisperser Partikel unter Anwendung einer Ultraschalldüse

Dr.-Ing. Neli Hampel, Thermische Verfahrenstechnik
Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Universitätsplatz 2, 39106 Magdeburg

Fördernummer: 3620

Förderzeitraum: 01.07.2017 – 30.06.2018

Einleitung

Die Beschichtung von feindispersen Partikeln hat in den letzten Jahren in der Lebensmittel- und Pharmaindustrie, sowie auch in der Chemie wesentlich an Bedeutung gewonnen. Beschichtete Feinpartikel können das Freisetzungsverhalten eines Wirkstoffes steuern [1], empfindliche Lebensmittelzusätze vor der Umgebung schützen oder die Haftung und Kompatibilität zwischen den einzelnen Komponenten bei Verbundwerkstoffen entscheidend beeinflussen [2,3].

Der Kern des Vorhabens ist der Einsatz von Sprühdüsen, in die wässrige Coatinglösung und das Kernmaterial homogen vermischt als Suspension über die Düse in das System eingebracht und versprüht wird. Angestrebt ist, dass am Austritt der Düse sich innerhalb eines Tropfens nur ein Partikel befindet, so dass nach der Verdunstung des Wassers der gesamte sich im Tropfen gelöste Feststoff gleichmäßig auf der Oberfläche des Partikels absetzt und dort einen definierten Feststofffilm bildet [4].

Im Rahmen des Forschungsstipendiums der Max-Buchner-Forschungstiftung wurde die neu entwickelte Technologie für die Beschichtung feindisperser Partikel mit einem Durchmesser kleiner als 50 µm verfolgt und optimiert. Dabei wurde eine Ultraschalldüse erprobt und die Qualität der Beschichtung sowie die Prozesseffizienz untersucht. Das Ziel ist die Bildung einer kompletten und homogenen Coatingschicht bei einem möglichst geringen Anteil an Agglomeraten als Produkt. Dabei stehen zwei wesentliche Produkteigenschaften im Vordergrund – der Beschichtungsgrad des Produktes und der Agglomeratanteil im Produkt.

Experimentelle Basis

Die Suspension, welche in den ersten Untersuchungen aus Modellmaterialien (Glaspartikel und 30%-ige Natriumbenzoatlösung) besteht, wird über eine Pumpe zur Ultraschalldüse im Sprühtrockner transportiert. Dort wird die Suspension mit dem Düsenluftstrom zerstäubt und im Sprühturm von der erwärmten (ca. 60°C) Luft getrocknet. Zur Aufzeichnung und Überwachung der Prozesswerte wie Lufttemperatur, Hauptluftstrom und Düsenluftstrom wird ein kontinuierlich aufzeichnendes Messwertsystem verwendet. Am Austritt des Sprühtrockners werden die Partikel mit Hilfe eines Zyklonabscheiders separiert. Feinstaub (Overspray) wird nachträglich durch ein Filtersystem abgeschieden.

Zur Darstellung des Oversprayanteils, Agglomeratanteils im Produkt sowie der Messung/Auswertung der mittleren Coatingschichtdicke wird der Partikelanalysator CAMSIZER verwendet. Der Beschichtungsgrad der Partikeloberfläche wird optisch mit Hilfe eines Raster-Elektronen-Mikroskops ausgewertet.

Bei der Wahl der Materialien sind folgende Voraussetzungen zu beachten:

- Zwischen Partikel und Coatinglösung findet keine chemische Reaktion statt.
- Im Fall einer wässrigen Coatinglösung darf die Partikeloberfläche nicht hydrophob sein.
- Aus wirtschaftlicher Sicht und aus Sicht der Prozessmachbarkeit ist ein adäquates Verhältnis zwischen Partikel und Coatinglösung in der Suspension notwendig.
- Die Zusammensetzung der Suspension ist so zu wählen, dass die technische Machbarkeit des Zerstäubungsprozesses gewährleistet ist (Viskosität, Feststoffbeladung etc.).

Um die Übertragbarkeit der Forschungsergebnisse von den Modellsubstanzen auf Realsysteme zu prüfen, wurden ausgewählte industrierelevante Substanzen (Suspension mit TiO₂-Partikeln und Glaspartikel) beschichtet werden. TiO₂ ist ein geeigneter Katalysator für potentielle photokatalytische Prozesse, z. B. bei der Abwasserbehandlung. Für eine technische Realisierung dieser Prozesse wäre die Anwendung von immobilisiertem TiO₂ in einem kontinuierlichen Prozess von großer Bedeutung [5].

Ergebnisse und Diskussion

Die Umsetzung des Vorhabens wurde in zwei Teile gegliedert. Im ersten Teil wurden die o.g. Materialien unter der Anwendung einer Zweistoffdüse und im zweiten Teil unter der Anwendung einer Ultraschalldüse beschichtet. Die Suspension aus ausgewählten industrierelevanten Substanzen weisen durch die höhere Viskosität deutlich bessere Fließeigenschaften im Vergleich zu der Modellsubstanzen auf. Es wurden Reihen von Untersuchungen mit Variationen von Betriebsbedingungen und Materialparameter durchgeführt, um den Einfluss auf die Produktqualität zu überprüfen. Einen Überblick ist in der nachfolgenden Tabelle dargestellt.

Parameter	Bedeutung/Änderung
Temperatur Trocknungsluft	Trocknungsbedingungen; Anteil an Overspray & Agglomerate
Durchsatz Trocknungsluft	Trocknungsbedingungen; Anteil an Overspray & Agglomerate
Durchsatz Düsenluft	Änderung der Tropfengröße
Düsendurchmesser	Änderung der Tropfengröße
Partikeldurchmesser	Änderung im Verhältnis Tropfen- und Partikelgröße
Gegen/Gleichstrombetrieb	Änderung der Tropfengröße, Verweilzeit
Feststoffanteil in der Coatinglösung	Änderung des Wasseranteils in der Suspension; limitiert
Partikelanteil in der Suspension	Änderung des Wasseranteils in der Suspension; limitiert
Behandlung des Trägermaterials mit H ₂ SO ₅	Verbesserung der Haftkräfte
Zugabe vom Verdickungsmittel	Verbesserung der Haftkräfte

Die Bewertung der Produktqualität im ersten Teil stellte einen höheren Beschichtungsgrad (> 90% der Partikeloberfläche) heraus. Somit sind die Anteile an Overspray und der Agglomerate deutlich geringer. Aus diesem Grund erhöht sich den Produktmassenstrom und die Prozesseffektivität des Verfahrens.

Im zweiten Teil des Vorhabens wurde das Verfahren mit den ausgewählten Substanzen auf eine Ultraschalldüse (Fa. TNO Niederlande) übertragen. Die Realisierung des Prozesses wurde erfolgreich durchgeführt. Es wurden Effekte wie z.B. starke Bildung von Partikelstau innerhalb der Ultraschalldüse und eine erschwerte Einstellung einer konstanten Trofengröße beobachtet. Um den Prozess zu optimieren wurde ein geringerer Anteil an Trägermaterial in der Suspension gefördert. Die Qualität des Produktes wurde wie erwartet vergleichbar den Vorversuchen. Aus diesen Gründen sinkt die Prozesseffektivität und Wirtschaftlichkeit im Vergleich zu dem Verfahren unter Anwendung einer Zweistoffdüse.

Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieses Forschungsvorhabens konnte die Realisierbarkeit ein neuentwickeltes Verfahren unter Anwendung industrierelevanter Substanzen und einer Ultraschalldüse überprüft werden. Dabei werden neben den Materialeigenschaften, die zur Bildung einer homogenen Suspension führen, auch die Anwendungsgebiete, sowie die Produkteigenschaften berücksichtigt. Das Verfahren bezieht sich auf eine einfache Prozessführung und erlangt keine zusätzlichen Investitionen für Geräte und Technologien. Mit Hilfe dieser Ergebnisse können Prozesse und Qualitätsmerkmale optimiert werden. Diese Ergebnisse können dann zur optimierten Prozessauslegung eingesetzt werden. Teile der erzielten Ergebnisse dienen als Grundlage für die Beantragung eines DAAD-Austauschprogramms.

Wissenschaftlicher Beitrag

Ausgewählte Ergebnisse dieser Forschungsarbeit wurden auf der ProcessNet Fachgruppentagung „Agglomerations- und Schüttguttechnik“ 2018 in Neuss vorgestellt: N. Hampel, „Beschichtung feindisperser Partikel“.

Literaturliste

- [1] Salman u. a.: Granulation Handbook, Kapitel 21: Breakage in Granulation, 2007
- [2] Early R.: Technology of dairy products, 1998
- [3] Mollet H., Grubenmann A.: Formulierungstechnik: Emulsionen, Suspensionen, Feste Formen, 2000
- [4] Hampel N., E. Roydeva, A.; Peglow, M.; Tsotsas, E.: Coating of finely dispersed particles by means of a two-fluid nozzle, Particuology, 2016, DOI: 10.1016/j.partic.2017.05.015
- [5] Holze H., Krüger B., Hoffmann T., Bück A., Schwidder M.: Influence of TiO₂-Layer Thickness of Spray Coated Glass Beads on Their Photocatalytic Performanc, Chemical Engineering Technology, 2017, DOI: 10.1002/ceat.20160043