

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
2	Herstellung, Nutzen und Charakterisierung3	3
	körniger Strukturen	
2.1	Eigenschaften	3
2.2	Geometrische Charakterisierung der Kornstruktur.....	7
2.2.1	Korngröße und äußere Oberfläche.....	7
2.2.2	Porosität und Dichte	9
2.2.3	Innere Oberfläche	10
2.3	Herstellungsmethoden.....	10
2.4	Herstellung von Partikeln aus flüssigem Produkt.....	11
3	Wesentliche Aspekte der Fluidisation.....	23
3.1	Allgemeines	23
3.2	Festbett.....	24
3.2.1	Allgemeines	24
3.2.2	Lockerungspunkt	25
3.3	Wirbelschicht.....	29
3.3.1	Allgemeines	29
3.3.2	Ausdehnungsverhalten der Wirbelschicht.....	30
3.3.3	Austragsgeschwindigkeit	32
3.3.4	Existenzbereich von Wirbelschichten	36
3.3.5	Typisierung des Fluidisierverhaltens	38
3.3.6	Blasenbewegung und -wachstum	41
3.3.6.1	Schicht in senkrechten Wänden	41
3.3.6.2	Einfluß geneigter Wände auf die Fluidisierung	50
3.3.6.3	Zirkulationszeiten in Wirbelschichten	54
3.3.7	Segregation in der Schicht	57
3.3.8	Austrag aus der Schicht	59
3.4	Wärme- und Stoffübergang bei der Wirbelschicht- Sprühgranulation.....	64

4 Grundlagen der Wirbelschicht-Sprühgranulation	69
4.1 Prinzip der Wirbelschicht-Sprühgranulation	69
4.2 Granulatwachstum	70
4.3 Bildung und Zufuhr von Keimgut	72
4.3.1 Allgemeines	72
4.3.2 Keimgut aus nichttreffenden Sprühtropfen	72
4.3.3 Keimgut aus Abrieb und Zerstörung	77
4.3.3.1 Veränderung der Abriebsrate mit der Zeit	78
4.3.3.2 Einfluß der Partikelgröße	79
4.3.3.3 Einfluß der Schichthöhe	79
4.3.3.4 Einfluß der Lochgeschwindigkeit des Gasverteilers	79
4.3.3.5 Einfluß der Gasgeschwindigkeit	80
4.3.3.6 Einfluß der Temperatur	80
4.3.3.7 Einfluß des Sprühstrahles der Düse	80
4.3.3.8 Gesamte Eigenkeimbildung	81
4.4 Bildung von Kernen im Granulator	82
4.4.1 Allgemeines	82
4.4.2 Statische Haftkräfte	83
4.4.2.1 Nichtstoffliche Haftkräfte	83
4.4.2.2 Stoffliche Haftkräfte	85
4.4.3 Dynamische Haftkräfte	90
4.4.4 Bildung von Feststoff- aus Flüssigkeitsbrücken	92
4.4.5 Entstehung von Kernen	92
4.5 Externe Zufuhr von Kernen	95
4.6 Verklumpungen	96
4.7 Beschichten von Kernen	99
4.7.1 Ablauf der Beschichtung	99
4.7.2 Ausbreitung der Flüssigkeit	100
4.7.2.1 Randwinkel und Benetzung	100
4.7.2.2 Kapillare Ausbreitung	103
4.7.3 Einfluß von Produkt- und Prozeßparametern auf das Beschichten	105
4.7.3.1 Versuchsaapparatur für ein Einzelpartikel nach Link	105
4.7.3.2 Beeinflussung der Wachstumskinetik	107
4.7.3.3 Einfluß der Trocknungsbedingungen	107
4.7.3.4 Spezielle Auswirkungen einer Tensidzugabe	109
4.7.3.5 Auswirkungen der Feststoff-Konzentration der Sprühflüssigkeit	110
4.7.3.6 Einfluß der Tropfenvortrocknung	111
4.7.3.7 Beeinflussung der Partikelmorphologie	111
4.8 Grundlegende Eigenschaften der Granulate	117
4.8.1 Allgemeines	117
4.8.2 Verteilung der Feststoffbestandteile im Granulat	118
4.8.3 Kristalline oder glasartige Struktur	119

4.8.4	Flüssigkeitsverteilung im Granulat	121
4.8.4.1	Lagerstabilität von Lebensmitteln.....	123
4.8.4.2	Gezielter Einschluß von Flüssigkeit	124
4.8.4.3	Bräunungsreaktionen	125
5	Prüfung und Verbesserung des Granulierverhaltens	127
5.1	Testmethoden zur Beurteilung des Granulierverhaltens.....	127
5.1.1	Charakterisierung der Sprühflüssigkeit.....	129
5.1.1.1	Messung von Viskosität bzw. Fließverhalten	129
5.1.1.2	Messung der Oberflächenspannung	129
5.1.1.3	Bestimmung der Größe von Primärpartikeln und Tropfen	131
5.1.2	Trocknungs- und Formungsverhalten	131
5.1.2.1	Schnellbeurteilung	131
5.1.2.2	Haftungs- und Kristallisiertest	132
5.1.2.3	Thermische Analyse	132
5.1.3	Mustergranulation.....	134
5.1.4	Abbildung und Bewertung der Granulatmorphologie.....	137
5.2	Hilfsstoffe	137
5.2.1	Allgemeines zu Hilfsstoffen.....	137
5.2.2	Tenside	139
5.2.2.1	Allgemeines zu Tensiden.....	139
5.2.2.2	Chemischer Aufbau und Einteilung der Tenside	143
5.2.2.3	Löslichkeit der Tenside.....	146
5.2.2.4	Oberflächenelastizität	146
5.2.2.5	HLB-Wert.....	147
5.2.2.6	Verdunstungshemmung	148
5.2.2.7	Biologische Abbaubarkeit	149
5.2.3	Binder	150
5.2.3.1	Adsorption der Polymere an Feststoffoberflächen.....	150
5.2.4	Hilfsmittel für den Zerfall der Granulate.....	152
5.2.5	Dispergiermittel	152
5.2.6	Lösungsvermittler	152
5.2.7	Kristallisationsbeschleuniger	153
6	Prüfung der Granulate.....	155
6.1	Allgemeines	155
6.2	Zustandseigenschaften	157
6.2.1	Korngröße und Korngrößenverteilung.....	157
6.2.2	Morphologie	159
6.2.3	Innere Oberfläche	159
6.2.4	Feuchtegehalt.....	160

6.2.4.1	Allgemeines	160
6.2.4.2	Bestimmung über Verdunstung durch Infrarotstrahler ..	160
6.2.4.3	Karl-Fischer-Methode	161
6.2.5	Dichte der Schüttung	162
6.2.5.1	Schüttdichte	162
6.2.5.2	Rüttel- oder Stampfdichte.....	162
6.2.5.3	Kompressibilität der Schüttung	162
6.2.6	Dichte der einzelnen Granulate.....	163
6.2.6.1	Scheinbare Dichte.....	163
6.2.6.2	Wahre Dichte.....	163
6.2.6.3	Berechnung der Porosität.....	164
6.2.6.4	Porengrößenverteilung.....	164
6.2.7	Staubzahl	166
6.3	Applikatorische Eigenschaften.....	167
6.3.1	Fließ- und Entgasungsverhalten von Schüttungen	167
6.3.2	Fließen von Granulaten.....	168
6.3.2.1	Beurteilung der Fließeigenschaften aus der Kompressibilität	168
6.3.2.2	Schüttwinkel	169
6.3.2.3	Ausflußtrichter.....	170
6.3.3	Entgasungsverhalten	170
6.3.4	Festigkeit	171
6.3.4.1	Festigkeit des Einzelpartikels	171
6.3.4.2	Abriebfestigkeit	172
6.3.5	Dispergierbarkeit	174
6.3.5.1	Allgemeines.....	174
6.3.5.2	Meßgeräte.....	175
6.4	Steckbrief für Granulate.....	178
7	Berechnungsgrundlagen.....	179
7.1	Feuchte- und Wärmebilanz	179
7.1.1	Allgemeines	179
7.1.2	Offener Kreislauf	181
7.1.2.1	Darstellung des Granulationsprozesses im h,Y-Diagramm	183
7.1.2.2	Folgerungen für eine energetisch günstige Prozeßführung	184
7.1.2.3	Faustformel für den Gasdurchsatz	184
7.1.3	Mischluftbetrieb.....	186
7.1.4	Geschlossener Kreislauf	188
7.1.5	Granulation im Lösungsmitteldampf	188
7.2	Mathematische Modellierung.....	190
7.2.1	Vorbemerkungen	190

7.2.2	Partikelbefeuchtung und -trocknung	194
7.2.2.1	Vorbemerkungen	194
7.2.2.2	Bedüsen von oben.....	194
7.2.2.3	Eindüsen von unten.....	200
7.2.3	Partikelwachstum.....	202
7.2.3.1	Vormerkungen	202
7.2.3.2	Grundlegende Definitionen und Annahmen.....	203
7.2.3.3	Stationärer Zustand bei kontinuierlicher Granulation ..	204
7.2.3.4	Diskontinuierliche Granulation.....	213
7.2.3.5	Allgemeine Kornzahlbilanz	216
8	Verfahrensvarianten	219
8.1	Allgemeines	219
8.2	Diskontinuierliche Granulation	219
8.2.1	Prinzip	219
8.2.2	Prozeß.....	221
8.2.3	Entnahme der Granulate	222
8.2.4	Apparative Durchführung	223
8.2.5	Spezialausführung nach Wurster	225
8.3	Kontinuierlicher Betrieb	226
8.3.1	Gründe für den Übergang von diskontinuierlicher zu kontinuierlicher Betriebsweise.....	226
8.3.2	Prinzip	227
8.3.3	Regelung von Granulatgröße und -feuchte	229
8.3.3.1	Grundkonzepte.....	229
8.3.3.2	Keimguterzeugung durch gezielte Mahlung	230
8.3.3.3	Zugabe von Kernen von außen	231
8.3.3.4	Keime aus nichttreffenden Sprühtropfen und Abrieb ...	233
8.3.4	Beispiele für die apparative Durchführung	235
8.3.4.1	Zugabe von Kernen von außen	235
8.3.4.2	Selbsttätig regulierte interne Produktion von Keimgut und Kernen	237
8.3.5	Abschließende Übersicht über die Verfahrensalternativen	241
9	Bauelemente des Granulators.....	245
9.1	Gasverteiler	245
9.1.1	Anforderungen	245
9.1.2	Ausströmung aus dem Gasverteiler.....	245
9.1.3	Bodentypen	248
9.1.4	Abdichtung des Gasverteilers gegen die Wand.....	252
9.1.5	Anströmhaube.....	253
9.1.5.1	Allgemeines	253

9.1.5.2	Maßnahmen bei Richtungsänderungen	254
9.1.5.3	Maßnahmen bei Querschnittserweiterung	255
9.1.5.4	Gleichverteilung der Strömung durch Beschleunigung	256
9.1.5.5	Bewertung der Homogenität der Strömung	257
9.1.5.6	Ausführungsbeispiele	258
9.1.6	Begünstigung von Querbewegungen	260
9.1.7	Erforderlicher Druckverlust des Gasverteilers	262
9.1.8	Berechnung des Druckverlustes bei Lochböden	265
9.1.9	Lochanordnungen bei Lochblechen	268
9.1.9.1	Berechnung des Druckverlustes perforierter Spezialbleche	271
9.1.10	Blasenbildung	272
9.1.11	Vermeidung des Durchrieselns	274
9.1.12	Vermeidung von Totzonen und Anbackungen	276
9.1.13	Mechanische Belastungen	277
9.2	Definierte Partikelzirkulation durch das Wurster-Steigrohr	278
9.3	Sprühdüsen	281
9.3.1	Allgemeines	281
9.3.2	Zerteilung der Flüssigkeit	283
9.3.3	Analyse des Sprühstrahles	285
9.3.4	Ansaugverhalten der Düsen	289
9.3.5	Überstand des flüssigkeitsführenden Rohres	290
9.3.6	Zentrierung des flüssigkeitsführenden Rohres	291
9.3.7	Düsenformen	291
9.3.8	Belagbildung	293
9.3.9	Düsenwechsel im laufenden Betrieb	294
9.3.10	Dreistoffdüsen	296
9.4	Keimguterzeugung und -zufuhr	296
9.4.1	Zerkleinerung im/am Granulator	296
9.4.2	Zufuhr von Keimgut von außen	298
9.4.3	Staubrückführung vom internen Filter	299
9.5	Granulataustrag	300
9.5.1	Formen des Austragens	300
9.5.2	Grundsätzliches zur Windsichtung	301
9.5.3	Steigrohr-Sichter	304
9.5.3.1	Dosierung und Dispergierung des Sichtgutes	305
9.5.3.2	Zufuhr des Sichtgases	308
9.5.4	Zick/Zack-Sichter	309
9.5.4.1	Allgemeines	309
9.5.4.2	Ablauf und Ergebnis der Trennung	309
9.5.4.3	Dosierung und Dispergierung des Sichtgutes	311
9.5.4.4	Mehrkanal-Zick/Zack-Sichter	313
9.5.4.5	Ringspalt-Zick/Zack-Sichter	313
9.6	Druckbeanspruchung für den Granulator	314

10 Komponenten der Granulationsanlagen	315
10.1 Herstellung und Verteilung der Sprühflüssigkeit	315
10.1.1 Arten der Sprühflüssigkeit	315
10.1.1.1 Allgemeines	315
10.1.1.2 Lösung	315
10.1.1.3 Suspension	316
10.1.1.4 Emulsion	316
10.1.1.5 Elektrostatische Erscheinungen	317
10.1.2 Viskosität der Sprühflüssigkeit	319
10.1.2.1 Lösung	321
10.1.2.2 Dispersionen	321
10.1.3 Dosierung der Komponenten für die Sprühflüssigkeit	321
10.1.4 Dispergiereinrichtungen	324
10.1.4.1 Rühren	324
10.1.4.2 Suspendieren	327
10.1.4.3 Emulgieren	330
10.1.5 Förderung der Sprühflüssigkeit	332
10.1.5.1 Allgemeines	332
10.1.5.2 Kreispumpen	332
10.1.5.3 Verdrängerpumpen	335
10.1.6 Verteilung der Sprühflüssigkeit auf die Düsen	340
10.2 Feststofftransport	344
10.2.1 Allgemeines	344
10.2.2 Pneumatische Förderung	346
10.2.3 Organe für den Feststoff-Transport	347
10.2.3.1 Zellenradschleuse	347
10.2.3.2 Injektor	350
10.3 Gassysteme und ihre Komponenten	352
10.3.1 Gasführung	352
10.3.1.1 Offenes System	352
10.3.1.2 Geschlossenes System	353
10.3.1.3 Inertgas	355
10.3.1.4 Überhitzter Lösungsmitteldampf	357
10.3.1.5 Halbgeschlossene Systeme	360
10.3.2 Förderung und Komprimierung des Gases	360
10.3.2.1 Reinheit der Gase	360
10.3.2.2 Druckprofil der Anlage	362
10.3.2.3 Arbeitsbereiche der Gebläse und Verdichter	363
10.3.2.4 Ventilatoren	364
10.3.2.5 Druckkolbengebläse	368
10.3.2.6 Schraubenverdichter	369
10.3.2.7 Vakuumpumpen	370
10.3.3 Erhitzungseinrichtungen	371
10.3.3.1 Gesichtspunkte für die Auswahl	371

10.3.3.2 Dampfbeheizung.....	372
10.3.3.3 Brenngas-/Ölbeheizung	376
10.3.3.4 Elektrische Beheizung	385
10.3.4 Entstaubung	388
10.3.4.1 Allgemeines.....	388
10.3.4.2 Zyklon.....	389
10.3.4.3 Filter	393
10.3.4.4 Naßentstauber	400
10.3.5 Kondensationssysteme.....	402
10.3.5.1 Indirekte Kondensation.....	403
10.3.5.2 Direkte Kondensation	404
10.3.6 Inertisierung.....	405
10.3.7 Abgasreinigung.....	406
10.3.7.1 Absorption	407
10.3.7.2 Adsorption	408
10.3.7.3 Verbrennen	408
10.3.7.4 Ozonisieren.....	409
10.3.7.5 Biologisch Filtrieren	409
10.3.8 Lärminderung	409
10.3.8.1 Allgemeines.....	409
10.3.8.2 Lärmentwicklung	410
10.3.8.3 Lärmvermeidung.....	411
 11 Einige Aspekte der Instrumentierung und Automatisierung.....	 415
11.1 Gesamtkonzept.....	415
11.2 Einige Meß- und Überwachungsmethoden	417
11.2.1 Allgemeines	417
11.2.2 Temperatur	417
11.2.3 Druck	418
11.2.4 Durchsatz.....	420
11.2.5 Strömungswächter	422
11.2.6 Sauerstoffgehalt	422
11.2.7 Kontinuierliche Messung und Regelung von Feuchte und.....	423
Größe der Granulate	
11.2.7.1 Granulatfeuchte	423
11.2.7.2 Granulatgröße	425
 12 Automatisierte Reinigung.....	 427
12.1 Allgemeines	427
12.2 Grundkonzept.....	427
12.3 Komponenten der Reinigungseinrichtungen	429
12.3.1 Versorgungsanlage	429

12.3.2 Reinigungsdüsen	430
12.4 CIP-gerechte Apparategestaltung.....	431
12.5 Beurteilung des Reinigungserfolges.....	431
13 Sicherheitsaspekte.....	433
13.1 Allgemeines	433
13.2 Beurteilungskriterien für die Explosionsgefahr.....	434
13.2.1 Allgemeines	434
13.2.2 Brennverhalten.....	434
13.2.2.1 Flammpunkt.....	434
13.2.2.2 Brennpunkt	435
13.2.2.3 Brennzahl BZ.....	435
13.2.3 Zündverhalten	436
13.2.3.1 Mindestzündenergie MZE	436
13.2.3.2 Selbstentzündung.....	437
13.2.3.3 Explosionsgrenzen.....	438
13.2.3.4 Staubexplosionsklassen	438
13.2.4 Zündquellen	440
13.2.4.1 Allgemeines	440
13.2.4.2 Heiße Oberflächen, Funken	440
13.2.4.3 Elektrische Betriebsmittel.....	440
13.2.4.4 Statische Elektrizität	441
13.3 Schutzmaßnahmen gegen die Explosionsgefahr.....	448
13.3.1 Inertisieren/Unterdruck.....	448
13.3.2 Begrenzen der Gaseintrittstemperatur.....	449
13.3.3 Vermeiden von Zündquellen.....	449
13.3.4 Explosionsfeste Bauweise.....	450
13.3.5 Explosionsentlastung	450
13.3.6 Explosionsunterdrückung	451
13.3.7 Explosionstechnische Entkopplung	452
13.3.8 Organisatorische Vorkehrungen	453
14 Nachbehandlung der Granulate.....	455
14.1 Allgemeines	455
14.2 Kühlen und Trocknen.....	455
14.3 Umhüllen.....	461
14.3.1 Gründe für das Umhüllen.....	461
14.3.2 Qualitätsansprüche an die Umhüllung	461

14.3.3 Umhüllungsmaterialien.....	462
14.3.4 Umhüllung/Wirkstoff-Verhältnis.....	464
14.3.5 Wege zu einer gleichmäßig dicken, dichten Umhüllung.....	465
14.3.6 Geräte für das Umhüllen.....	466
14.3.7 Einflüsse auf die Umhüllungsqualität	470
14.3.7.1 Mischung von Hüll-Kernmaterial	470
14.3.7.2 Gleichmäßigkeit des Auftrages	471
14.3.8 Maximale Sprühdichte.....	472
14.3.9 Versuchseinrichtungen.....	473
15 Konzipierung von Produktionsverfahren	475
15.1 Allgemeines	475
15.2 Zielsetzung, Favorisierung von Verfahren.....	476
15.3 Produktcharakterisierung	478
15.4 Auswahl der Verfahrensvariante der Wirbelschicht-Sprühgranulation..	480
15.5 Mustergranulation	482
15.6 Hochrechnungen des Verfahrens	484
15.7 Kostenschätzungen.....	485
15.8 Absicherung im Pilotmaßstab	488
16 Anwendungen der Wirbelschicht-Sprühgranulation	491
16.1 Folgerungen aus erfolgreichen Anwendungen	491
16.2 Anwendungen bei der Abfallentsorgung.....	496
16.2.1 Allgemeines	496
16.2.1.1 Vergleich von Wirbelschicht-Sprühgranulation und Sprühtrocknung.....	496
16.2.1.2 Sickerwasserentstehung und -erfassung.....	498
16.2.2 Sickerwasseraufarbeitung	498
16.3 Anwendungen bei der Zitronensäureproduktion	501
16.3.1 Potentiale zur Verbesserung und Verbilligung durch Wirbelschicht-Sprühgranulation	501
16.3.2 Übliche Herstellung von Zitronensäure	503
16.3.3 Wirbelschicht-Sprühgranulation zu technischer Zitronensäure ..	504
16.3.4 Granulate	504
16.4 Anwendung der kontinuierlichen Betriebsweise bei Pharmazeutika.....	506
16.5 Granulationsbeispiele der Universität Magdeburg.....	509
16.5.1 Allgemeines	509
16.5.2 Hintergrund der Beispiele.....	509
16.5.2.1 Granulation klebriger Produkte	509
16.5.2.2 Granulation bei pastenartigem Ausgangszustand.....	510
16.5.2.3 Produkte aus mikrobiologischen Prozessen.....	511
16.5.2.4 Granulate für das Formpressen von Hartmetallen	

und Magneten	513
16.5.2.5 Milchprodukte	514
16.5.2.6 Beispiele aus der chemischen Industrie	516
16.5.2.7 Futtermittel	517
16.5.2.8 Düngemittel	518
16.5.2.9 Leimabwasser	518
16.5.3 Granulationsbeispiele (Ablauf u. Ergebnis der Granulationen) ..	519
16.6 Granulation mit überwiegender Feingutzugabe.....	563
17 Trocknung mit inerten Kernen zu Pulver	565
17.1 Allgemeines	565
17.2 Inerte Partikel.....	565
17.3 Apparative Ausführungsformen	566
17.4 Feuchtgut.....	570
17.5 Gassystem	571
17.6 Anwendung des Verfahrens	573
Symbolverzeichnis	577
Literatur	583
Sachverzeichnis	605

Wirbelschicht-Sprühgranulation

Uhlemann, H.; Mörl, L.

2000, XIX, 617 S. 297 Abb., Hardcover

ISBN: 978-3-540-66985-2