

Mit Dispergierung zur Einsicht

Dispergierung – ein entscheidender Schritt in der Partikelgrößenanalyse

Stephan Röthele und Manfred Puckhaber, Clausthal-Zellerfeld

Zur Analyse der Partikelgrößenverteilung stehen heute leistungsfähige Methoden zur Verfügung. Insbesondere die Analyse mittels Laserbeugung hat ihre Qualitäten im Labor und zuletzt auch im industriellen Einsatz eindrucksvoll unter Beweis stellen können. Einfache Bedienung über jederzeit durch Knopfdruck wiederholbare Standardmessabläufe, die Schnelligkeit der universellen Methode mit außergewöhnlich breitem Messbereich von Submicron bis hin zu Millimetern und die bis dahin unerreichbaren Reproduzierbarkeiten mit Abweichungen von weniger als einem Prozent haben das Verfahren in den letzten 25 Jahren zum dominierenden Prinzip der Analyse von Partikelgrößenverteilungen gemacht.

Die große Bedeutung der Dispergierung für die Partikelgrößenanalyse rührt von den Messprinzipien her. Alle Messmethoden, nicht nur die Laserbeugung, können die Partikel nur so erkennen, wie diese als detektierbares Messsignal in der Messzone erscheinen. Nicht dispergierte Agglomerate führen zu Fehlmessungen, die unvermeidlich eine gröbere Primärpartikelverteilung anzeigen. Veränderungen am feinen Ende können resultieren, wenn bei der Nassdispergierung Lösungseffekte überlagert sind oder durch fehlende Dispergierkräfte bei der Trockenanalyse Restagglomerate übrig bleiben. Unabhängig davon, an welchem Ende die Abweichungen auftreten, wird durch diese die gesamte Messung beeinträchtigt.

Nur mit kontrollierter und produktangepasster Dispergierung – nass, trocken oder auch bei strömunggetragenen Sprays – kann das Messsystem seine volle Leistungsfähigkeit entfalten und aussagekräftige Ergebnisse über die jeweilige Probe liefern. Kontrollierte Dispergierung bedeutet, dass die Dispergierkräfte gleichmäßig und dosiert eingesetzt werden müssen. Unter produktangepasster Dispergierung versteht man beispielsweise, dass trocken hergestellte Produkte als Aerosole analysiert werden sollen und Suspensionen in Flüssigkeit zu dispergieren sind. Nur so können messme-

thodenbedingte Veränderungen an der Probe vermieden werden und die Ergebnisse den Herstellungsprozess unmittelbar widerspiegeln.

Erweiterte Einsatzmöglichkeiten durch Modularität

Es gibt prinzipiell 2 mögliche Anordnungen, um Partikelgrößenanalysen mittels Laserbeugung durchzuführen. Der umgekehrte Fourier-Ansatz, die Partikel in den konvergenten Laserstrahl hinter der Fourier-Linse einzubringen, erlaubt zwar den Einsatz einer

einzigen Optik und die Vermessung über einen sehr großen Messbereich durch Verwendung mehrerer Detektoren in verschiedenen Winkeln (Fullrange). In solchen Systemen ist die Messzone, in der die Partikel durch den Laserstrahl geführt werden, prinzipbedingt eng begrenzt. Reale Partikelsysteme sind aber naturgemäß ausgedehnt, was dann zu einem eher unscharfen Beugungsbild führt. Zudem bringt die Verwendung mehrerer Einzeldetektoren mit ihren Prinzip- und Empfindlichkeitsabweichungen untereinander aufwendigeren theoretischen Interpretationsbedarf mit sich und damit letztlich manipulierte Messergebnisse.

Der klassische und einfachere Aufbau führt die dispergierten Partikel vor der Fourier-Linse durch den parallelen Laserstrahl (Bild 1). Um hier den passenden Messbereich einzustellen, kann ein jeweils optimales Linsensystem mit der entsprechenden Brennweite zum Einsatz kommen, das bei Mehrlinsen-Instrumenten automatisch in

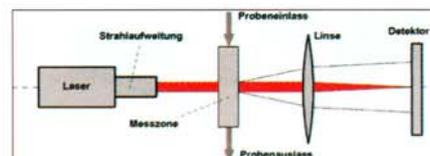


Bild 1: Klassischer Aufbau zur Erzeugung von Beugungsbildern für die Partikelgrößenanalyse.

den Laserstrahl eingeschwenkt wird und jeweils die höchste Auflösung garantiert. Ein einziger halbkreisförmiger blindflächenfreier Multielementdetektor wird automatisch fokussiert und sichert so beste Reproduzierbarkeit. Da durch das Prinzip der Fourier-Optik die Breite der Messzone hierbei quasi beliebig ausgedehnt sein kann, sind im selben Messgerät verschiedenste Dispergierrmodule einsetzbar (1,2).

So können im Laserbeugungsspektrometer HELOS der Firma Sympatec, das den klassischen Aufbau bis in den Submikronbereich realisiert, Dispergierrmodule sowohl für Suspensionen als auch für Sprays ebenso eingesetzt werden wie solche, die trockene Pulver in einem zuverlässig dispergierten Aerosolfreistrahl dem Laserstrahl präsentieren. Verschiedene Anwendungen und eine Auswahl aus der großen Palette der Dispergiersysteme zu diesem Partikelmessgerät werden im folgenden vorgestellt.

Leistungsfähige Trockendispergierung

RODOS ist ein seit mehr als 15 Jahren und inzwischen tausendfach bewährtes und unerreichtes Trockendispergierrmodul für den HELOS-Laserbeugungssensor (3). Eine kontrollierte Kombination von Scherkräften, Partikel-Partikel- und Partikel-Wand-Kollisionen werden zur reproduzierbaren und leistungsfähigen Dispergierung trockener Pulver eingesetzt (Bild 2). Verschleißanforderungen

werden heute selbst bei extrem aggressiven Produkten beherrscht und lange Standzeiten sind garantiert.

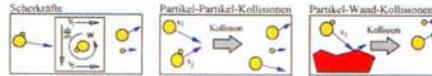


Bild 2: Kontrollierte Dispergierkräfte für die Analyse trocken vorliegender Pulver.

Inzwischen gibt es den weiterentwickelten RODOS/M als kompakte Version des bewährten RODOS-Dispergierrmoduls (Bild 3). Er ist vollständig in die Messzone des HELOS integriert und automatisiert die Handhabung in allen Betriebsvarianten. Das Anwendungsspektrum umfasst den Größenbereich von 0,1...3500 µm. Ein neuer Mikromengendosierer erschließt dazu die Messung auch kleinster Probenmengen bis in den µg-Bereich mit der sogenannten Sniffer-Technologie im ms-Messtakt.

Typischerweise wird der beladungsunabhängige, intelligente Schwingrinnendosierer VIBRI eingesetzt, um die trockene Probe vom mg- bis in den kg-Bereich dem RODOS zuzuführen. Der beschleunigte Aerosolfreistrahl wird durch die gekapselte Messzone geführt, abgesaugt und sicher entsorgt. Die komplette Parametereinstellung des Dispergierrgerätes einschließlich Vordruck, Absaugung und Ausrichtung des Injektors erfolgt über die Bediensoftware WINDOX. Standardmäßig kommt RODOS mit einem Injektordurchmesser von 4 mm. Optional sind Injektoren mit 6 und 10 mm verfügbar.

RODOS/M kommt für Off-, At- und Online-Anwendungen bei pharmazeutischen Produkten ebenso wie für Zement, Metallpulver, Nahrungsmittel, Mineralstoffe, Pulverlacke und entsprechend anspruchsvolle trockene disperse Pulver zum Einsatz.



Bild 3: RODOS/M mit VIBRI in Messposition des Sympatec HELOS.

Dispergierung von Suspensionen

In Suspensionen werden vor allem die Dispergierrmechanismen 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 neuartige automatische Dispergierrmodul QUIXEL erschließt die schnelle Partikelgrößenanalyse von Suspensionen und Emulsionen auf komfortable Art und Weise selbst für unerfahrene Benutzer (Bild 4). Der Behälterbereich der QUIXEL einschließlich der extrem kurzen schlauchlosen Rohrverbindung zur Küvette ist vollständig aus Edelstahl gefertigt und besitzt jetzt eine variable Füllmenge von 250...1000 ml. Schlauchlos bedeutet auch und besonders weitgehende Unabhängigkeit von Medienunverträglichkeiten. Der leistungsfähige regelbare,

aber leise Ultraschallgenerator und die kompakte Zentrifugalpumpe erlauben eine kontrollierte und zuverlässige Dispergierung von Partikeln zwischen 0,1 und 3500 µm. Optional ist eine thermostatregulierte Heizung verfügbar, um beispielsweise Analysen bei unterschiedlichen Temperaturniveaus zu ermöglichen (4).

Der motorisiert zu öffnende Behälterboden bringt in Verbindung mit dem softwaregesteuerten Reinigungszyklus das System schnell wieder in Messbereitschaft. Dadurch, dass der Suspension schlagartig der Boden unter den Partikeln weggezogen wird, braucht das Entleeren nur noch Sekunden und nur ein kleiner Teil der so gewonnenen Zeit wird zum sorgfältigen, blasenfreien Füllen benutzt. Alle Messbedingungen werden in der aktuellen Menü-Technologie erfasst und automatisch umgesetzt, um einfachste Handhabung und reproduzierbare Einstellungen sicherzustellen und Eingabefehler auszuschließen. Mit einer selbständigen Vermessung ohne jeglichen Benutzereingriff ist damit auch in flüssigen Medien die vergleichbare Funktionalität der Trockenanalyse, insbesondere auch bezüglich der Analysenzeit, erreichbar.



Bild 4: Nassdispergiermodul QUIXEL in Arbeitsposition, HELOS mit QUIXEL im Betrieb.

Kleinste Probenmengen

Nicht nur bei werthaltigen, sondern auch bei hochgefährlichen oder gesundheitsschädlichen Materialien besteht oftmals nicht die Möglichkeit, größere Probenmengen zu vermessen. Der RODOS/M besitzt daher den oben beschriebenen Mikromengendosierer. Mit der neuen CUVETTE wird das Spektrum der Einsatzmöglichkeiten auch auf kleinste Suspensionsmengen mit Partikeln bis hinunter zu 0,1 µm erweitert.

Dieses Dispergiergerät bringt die Probe in einer Küvette aus Spezialglas, die es für feinste Materialien mit 6 ml und für Materialien bis in den mm-Bereich mit 50 ml Füllvolumen gibt, in die Messzone ein (Bild 5). Die Küvette ist auf einem drehbaren Halter so fixiert, dass störende Reflexionen auf die Messoptik ausgeschlossen werden. Ein Magnetrührer und ein Ultraschallfinger sorgen

in der 50-ml-Küvette für vollständige und reproduzierbare Dispergierung. Im Feinstbereich erlaubt die 6-ml-Küvette mit einer Lichtschutzabdeckung in Kombination mit den Sub-µm-Messbereichen des HELOS die Partikelgrößenanalyse geringster Partikelmengen.

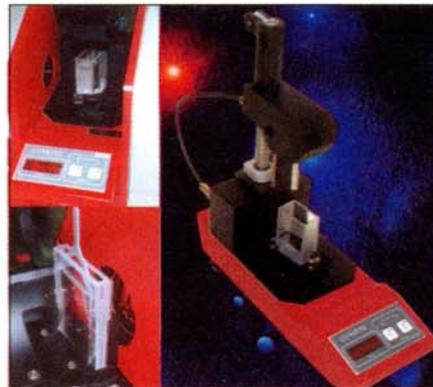


Bild 5: CUVETTE für Partikelgrößenanalyse kleinster Probenmengen mit 50-ml- und 6-ml-Standküvetten und Ultraschallfinger.

Die vermessene Leichtigkeit des Sprays

Besondere Anforderungen an ein Messinstrument stellt die Partikelgrößenanalyse von Sprays und Aerosolen. Nicht nur optimale Reproduzierbarkeit und systemübergreifende Vergleichbarkeit sind für zuverlässige Ergebnisse wichtig, sondern für die qualitative Untersuchung des Sprayausstoßes dazu auch höchste zeitliche Auflösung.

Die speziell für Sprays und Inhalerpulvern entwickelten Dispergiereinheiten SPRAY-SIZER (Bild 6) und INHALER ADAPTER werden diesen Herausforderungen gerecht. Dabei sichert die automatische Auslösung mit den einstellbaren Parametern Geschwindigkeit, Beschleunigung und Weglänge reproduzierbare Messbedingungen. Nur so können Messergebnisse ab 0,5 µm bis in den mm-Bereich hinsichtlich der sprayspezifischen Parameter wie Zusammen-

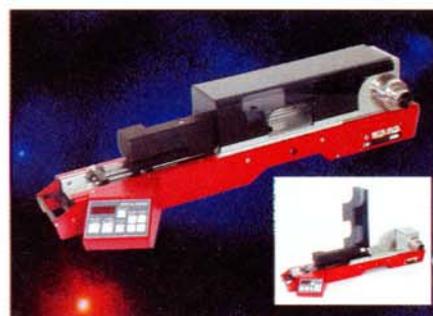


Bild 6: Sympatec SPRAY SIZER.

von einer halben Millisekunde. Dies ermöglicht die Untersuchung des Spraystoßes bis ins räumliche und zeitliche Detail, was beispielsweise für die Wirkung pharmazeutischer Sprays von besonderer Bedeutung ist.

Dispergierung ist der zweite Schritt der Analyse

Nach der Probenahme ist die Dispergierung der Probe die zweite und entscheidende Herausforderung auf dem Weg zur zuverlässigen und reproduzierbaren Partikelgrößenanalyse. HELOS mit den Dispergiermodulen bietet vollautomatisierte Partikelgrößenanalyse von unterschiedlichsten Proben einschließlich Referenzmessung, Probenzuführung, automatischer Messauslösung, Auswertung, Spülung und Reinigungszyklus. Mit einem Probenkoppler oder einem echten Inline-System kann die Probenahme als erster Schritt automatisiert werden, so dass dem Nutzer auch die wichtige Probenvorbereitung abgenommen werden kann und nur noch das Analyseergebnis oder eine Frühwarnung bei Überschreitung vordefinierter Grenzen zu beachten ist.

Selbstverständlich 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 unerfahre-

nen Benutzern auf einfachste Weise mit sogenannten Standard Operating Procedures (SOP) Routinemessungen, ohne jedoch die Einstellmöglichkeiten einzuschränken. Die umfassenden Statistik- und grafischen Darstellungsmöglichkeiten sorgen für den unverfälschten Blick auf die jeweils interessantesten Probencharakteristika (5).

Die markanten Merkmale des Laserbeugungsspektrometers HELOS sind das hohe Auflösungsvermögen und die unerreichte Reproduzierbarkeit von Messungen sowie die garantierte Vergleichbarkeit von Gerät zu Gerät. Leistungsfähige Dispergiergeräte sind hierzu die Grundvoraussetzung. Ein großer Teil der anerkannten Innovationsarbeit der Firma Sympatec besteht daher in der Kreation und Weiterentwicklung von Dispergiermodulen für die HELOS-Laserbeugungssensoren.

Partikelgrößen-Analysatoren

● Kennziffer 63

Sympatec, Clausthal-Zellerfeld, Tel. 05323/7170, Fax /717229

Literatur:

- (1) M. Heuer, K. Leschonski: Results obtained with a New Instrument for the Measurement of Particle Size Distributions from Diffraction Patterns. Part. Charact. 2 (1985).
- (2) M. Puckhaber, S. Röthele, W. Witt: Laser Diffraction - Millennium-Link for Particle Size Analysis. Powder Handling & Processing, Vol. 11, No. 1 (1999).
- (3) K. Leschonski, S. Röthele, U. Menzel: A Special Feeder for Diffraction Pattern Analysis of Dry Powders. Part. Charact. 1 (1984).
- (4) W. Witt, M. Heuer: Quick and Tubeless Suspension Analysis with Laser-diffraction. PARTEC 98, 7th European Symposium Particle Characterization, Preprints (1998).
- (5) D. Niebuhr, S. Pülm, W. Witt: Analysis, Conversion and Visualisation of Particle Size Data combined with a Data Based Control System for Particulate Processes. PARTEC 98, 7th European Symposium Particle Characterization, Preprints (1998).
- (6) S. Röthele, H. Naumann, U. Brandis: On-line Sampling and Sample Splitting - Principle and Instrumentation. 6th Conference Granulometry, Dresden (1989).
- (7) W. Witt, S. Röthele, T. Hübner: In-line Laserbeugung mit innovativer Probenahme. 1. Chemnitz Verfahrenstechnisches Colloquium (1998).

menetzung und Düsenform eindeutig interpretiert werden. Das neue Softwaremodul SPRAY in Verbindung mit aktueller Computertechnologie erlaubt eine verdoppelte Analysenfrequenz von 2000 Messungen je Sekunde und damit die Erfassung sogar kleinster zeitlicher Veränderungen im Sprayausstoß auch unterhalb

Bild 7: 4 Schritte zur reproduzierbaren, leistungsorientierten Partikelgrößenanalyse.

Analyseablauf	Aufgabe	Instrumente
1. Probenahme	repräsentative Teilprobe	Probennehmer, Probenteiler, Probenkoppler ROPRON (6), Inline-Messsystem MYTOS & TWISTER (7)
2. Dispergierung	leistungsfähige Dispergierung und automatisierter Messablauf	produktangepasstes Dispergiermodul, optimierte Dispergierparameter
a) Aerosol	kontrollierte Trockendispergierkräfte	RODOS/M mit Mikromengendosierer
b) Suspensionen	viele Medien, integrierte Ultraschall- und Temperatursteuerung, Additivzugabe, kleinste Mengen	QUIXEL 250...1000 ml CUVETTE 50 ml, 6 ml
c) Spray	getriggerte Initialisierung, zeitaufgelöst	SPRAY SIZER und INHALER ADAPTER
3. Messung	Analyse mit höchster Reproduzierbarkeit und systemübergreifender Ergebnisvergleichbarkeit	HELOS Laserbeugung im klassischen Fourier-Aufbau, Messbereich von 0,1...8750 µm
4. Auswertung	parameterfreie, grafische, statistische Auswertung und Darstellung	WINDOX komfortable Bedienssoftware inkl. SOP